

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ ІМЕНІ ІГОРЯ
СІКОРСЬКОГО»

Навчальний посібник

Прикладна неорганічна хімія: Лабораторний практикум

Київ

2019

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ ІМЕНІ ІГОРЯ
СІКОРСЬКОГО»

Хіміко-технологічний факультет
Кафедра технології неорганічних речовин, водоочищення та загальної
хімічної технології

НАВЧАЛЬНИЙ ПОСІБНИК

Прикладна неорганічна хімія: Лабораторний практикум

для студентів хіміко-технологічного факультету

за спеціальністю 161 «Хімічні технології та інженерія»

Рекомендовано методичною радою КПІ ім. Ігоря Сікорського за поданням

Методичної ради ХТФ

Київ

2019

Навчальний посібник Прикладна неорганічна хімія: Лабораторний практикум для студентів хіміко-технологічного факультету за спеціальністю 161 «Хімічні технології та інженерія» / Уклад.: І.В. Косогіна, Ю.М. Феденко, С.О. Кирій. – Електронні текстові дані (1 файл: 1,20 Мбайт). – Київ: КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2019. – 112 с.

*Гриф надано Вченою радою КПІ ім. Ігоря Сікорського
(Протокол № 6 від 31.01.2020 р.)
за поданням Методичної ради ХТФ
(Протокол № 10 від 25.11.2019 р.)*

Укладачі: І.В. Косогіна, канд. техн. наук, доцент
Ю.М. Феденко, канд. техн. наук, асистент
С.О. Кирій, канд. техн. наук, асистент

Відповідальний
редактор

І.М. Астрелін, д-р техн. наук, проф.

Рецензент

Т.І. Мотронюк, к.т.н., доцент

ЗМІСТ

ВСТУП.....	5
Правила оформлення лабораторного журналу.....	6
Лабораторна робота 1. Хімічний посуд та робота з ним	7
Лабораторна робота 2. Технохімічні і аналітичні терези та зважування на них.....	12
Лабораторна робота 3. Мірний посуд та правила роботи з ним. Перевірка мірного посуду	20
Лабораторна робота 4. Миття та сушіння хімічного посуду.....	31
Лабораторна робота 5. Визначення густини речовин різних агрегатних станів.....	43
Лабораторна робота 6. Приготування розчинів різної заданої концентрації	47
Лабораторна робота 7. Відбір і приготування проб сипучих матеріалів	53
Лабораторна робота 8. Вимірювання температури механічних сумішей. Фільтрування сумішей.....	65
8.1 Вимірювання температури механічних сумішей та її регулювання	65
8.2 Визначення вологості та розділення механічних сумішей фільтруванням	68
Лабораторна робота 9. Одержання металовмісних сполук та дослідження їх властивостей.....	76
9.1 Одержання комплексних сполук та дослідження їх властивостей.....	76
9.2 Одержання сполук хрому та мангану та дослідження їх властивостей.....	78
9.3 Взаємодія сполук феруму з різними реактивами	80
СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ.....	84
ДОДАТОК: ПРОТОКОЛИ ДО ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ	85

ВСТУП

Студенти, які починають працювати в хімічній лабораторії, з перших кроків зустрічаються з труднощами, пов'язаними з незнанням техніки виконання лабораторних робіт та правилами техніки безпеки, тому на першому занятті усі проходять інструктаж з техніки безпеки з фіксуванням у спеціальному журналі. Оскільки, незнання призводить до невпевненості в отриманих результатах, наприклад дуже важливими етапами є вірний вибір хімічного посуду, його чистота, приготування розчинів заданої концентрації, обґрунтований вибір фільтрувального паперу, визначення густини та ін.

На лабораторному практикумі з дисципліни «Прикладна неорганічна хімія» студенти спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія» оволодіють загальною та спеціальною технікою хімічних лабораторних процедур, включаючи обґрунтований вибір і навички поводження з лабораторним посудом, вимірювальною лабораторною технікою і засобами контролю хімічних процесів, технікою точного зважування, висушування, прожарювання, набуття вмінь і навичок кількісних розрахунків масових і дольових співвідношень вихідних і кінцевих речовин за результатами хімічних процесів і реакцій неорганічних інгредієнтів. Результатом проходження цього лабораторного практикуму є набуття студентами вмінь і досвіду самостійної роботи у хімічній лабораторії з подальшим аргументованим вибором хімічного посуду, вимірювальної техніки для виконання конкретного завдання на основі науково-теоретичних знань, отриманих при аудиторній і самостійній роботі.

Правила оформлення лабораторного журналу

Хід виконання і результати кожної експериментальної роботи докладно і ретельно записують у лабораторному журналі. Для журналу доречно використовувати зошит у клітинку на 24...36 аркушів або аркуші А4. На першому аркуші підписують назву кредитного модуля, прізвище, ім'я, по батькові студента, номер групи та курс. Забороняється вести запис лабораторних робіт на окремих листках або в чорнових зошитах. Кожну роботу слід починати з нової сторінки. У першу чергу, ставлять дату, потім назву. Загалом звіт з лабораторної роботи складається з короткої характеристики принципу виконання і мети роботи, опису та рисунку приладів або експериментальної установки та попередніх розрахунків. Потім описують виконання роботи і результати безпосередніх спостережень і вимірювань. Звіт закінчують поясненням явищ, що спостерігаються під час проведення дослідів, складанням рівнянь реакцій, обробкою результатів, побудовою графіків, статистичною обробкою. У висновку наводять остаточний цифровий результат та надають характеристику процесу, що досліджувався.

Приклад оформлення протоколів для різних типів завдань та методик виконання наведено у ДОДАТКУ.

Виконану і оформлену у відповідності з вимогами роботу захищають у викладача. Захист полягає у відповіді на питання, пов'язані з принципом методу і практичним його здійсненням, сутністю явищ, що спостерігаються в ході виконання роботи і причинами відхилення отриманих результатів від очікуваних значень фізико-хімічних величин. При виконанні експериментальної роботи не виключені невдачі в проведенні окремих дослідів, отримання помилкових результатів, тому необхідно повторити весь експеримент чи якусь його частину, розібравшись спочатку в причині помилки. При цьому забороняється виривати з журналу листи або викреслювати будь-які записи. Роботу слід записувати в минулому часі від першої особи, наприклад: «налив(ла) в стакан 15 см³ розчину хлориду барію, а потім по краплях додав(ла) 5 см³ 30 %-ної сульфатної кислоти». У багатьох випадках дані дослідів і розрахунків зручно записувати у вигляді таблиці.

Лабораторна робота 1. Хімічний посуд та робота з ним

Мета роботи: засвоєння правил роботи в хімічній лабораторії; ознайомлення з різними видами хімічного посуду, його призначенням та особливостями застосування того чи іншого типу посуду в залежності від призначення.

Теоретичні відомості

Матеріали для виготовлення хімічного посуду

Проведення будь-якого хімічного експерименту вимагає використання як стандартного хімічного скляного посуду, так і допоміжних деталей і вузлів – шлангів, пробок, шліфів. Основні вимоги, що висуваються до лабораторного посуду та виробів зі скла – це термічна та хімічна стійкість.

Хімічно стійке скло має дуже важливе значення в лабораторній практиці, оскільки саме з нього виготовляють різноманітний хімічний посуд (колби, ректифікаційні колонки, мірні циліндри, піпетки тощо). Додаванням до складу скла B_2O_3 , ZnO і збільшенням вмісту Al_2O_3 в ньому досягають стійкості проти дії кислот і лугів. Хімічно стійке скло широко застосовують для виготовлення різноманітних промислових апаратів - колон, абсорберів, кранів, труб тощо.

Термічна стійкість скла – це його здатність витримувати без руйнування різкі коливання температури. Максимальна різниця температур, яку витримує скло, не руйнуючись, є величиною його термічної стійкості. Термічна стійкість скляних посудин залежить, зокрема, від товщини стінок. Наприклад, термічна стійкість виробів із чеського скла «сімакс» при товщині стінки посудини 1 мм складає $312\text{ }^{\circ}\text{C}$, при 3 мм – $180\text{ }^{\circ}\text{C}$, при 10 мм – $100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

По термостійкості скло розділяють на групи відповідно до їх коефіцієнтів лінійного теплового розширення в інтервалі температур $20 - 300\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Перша група – це скло з коефіцієнтом теплового розширення $(70\div 90) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$, до якого відносяться скло ХС1, марки № 23. Скло цієї групи порівняно легкоплавке та схильне до розшарування, при тривалому нагріванні в полум'ї газового пальника скло втрачає прозорість, стає мутним, а після охолодження – шорсткувате на дотик.

Друга група – скло з підвищеною термостійкістю, коефіцієнт теплового розширення якого знаходиться в межах $(50\text{--}65) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$. Сюди відносяться молібдєнове скло, ДГ-2, «сіал», «ієнатерм». Молібдєнове скло (ЗС-5 та ін.) одержало назву завдяки здатності утворювати вакуумно-щільний спай з металевим молібдєном. Хімічно воно менш стійке, ніж інше лабораторне скло, проте легке в складувній обробці.

Третя група – скло з високою термостійкістю та коефіцієнтом теплового розширення $(38\text{--}49) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$. До них відноситься мало лужне боросилікатне скло з високим вмістом оксиду кремнію «пірекс», ТС, «сімакс», «разотерм».

Четверта група – особливо високо термостійке скло типу кварцового з коефіцієнтом теплового розширення $(5\text{--}7) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$.

Інколи на практиці скло розрізняють за кольором на просвіт (блакитне, біле, жовте).

Хімічна стійкість – це здатність скла протистояти руйнівному впливу води, кислот, лугів та інших хімічних реагентів. Хімічну стійкість скла визначають по ГОСТ 21400–75, який встановлює класи гідролітичної стійкості (водостійкості), кислотостійкості та лугостійкості скла по втраті маси зразка скла після витримки протягом певного часу у відповідному середовищі.

Згідно із ГОСТ 21400–75, в залежності від хімічної та термічної стійкості в нашій країні для виготовлення лабораторного посуду використовується скло наступних груп:

ХС1	–	хімічно стійке 1 класу
ХС2	–	хімічно стійке 2 класу

ХСЗ	–	хімічно стійке 3 класу
ТХС1	–	термічно і хімічно стійке 1 класу
ТХС2	–	термічно і хімічно стійке 2 класу
ТС	–	термічно стійке (боросилікатне скло)

Більша частина хімічного посуду виготовляється зі скла. Твердість і гладкість поверхні полегшує миття скляного посуду, а прозорість дає експериментаторам можливість стежити за ходом хімічних реакцій і фізичних процесів. Скло добре переносить навантаження на стиск, гірше – на вигин, але погано сприймає ударний вплив. Під дією води і водних розчинів солей на скло в результаті розчинення та гідролізу силікатів лужних металів на поверхні скла утворюється захисна плівка з SiO_2 . Така плівка досить стійка в нейтральних і кислих розчинах (крім HF), але руйнується в лужному середовищі через переведення у розчин орто- і полісилікатів лужних та інших металів, що входять до складу скла. Для захисту скла від впливу лужного середовища рекомендують створювати на поверхні скляної посудини спеціальну плівку, обробляючи виріб спочатку сульфатною кислотою, розведеною водою у співвідношенні 1:1, а потім, після промивання – розплавленим при 200–300 °С парафіном або стеарином.

Скляний хімічний посуд може раптово розтріскуватися без видимої причини. Часто це відбувається через появу на його поверхні незначних подряпин, що утворюються при механічному очищенні посуду піском, вугіллям, металевою щіткою та іншими твердими предметами. Подряпини можуть з'явитися і тоді, коли посуд ставлять на цеглу, керамічні плити з нерівною поверхнею. При закріпленні скляних виробів у штативах часто недооцінюють тиск різних лапок і тримачів при затягуванні гвинта. Скляні предмети варто закріплювати в затисках, які обладнані прокладками з еластичних матеріалів.

Найбільшого поширення для виготовлення хімічного посуду набула порцеляна – білий керамічний матеріал, що просвічує в тонкому шарі і має характерне звучання при ударі. Відрізняється водо- і газонепроникністю,

механічною міцністю. Термостійкість неглазурованої порцеляни становить 1400–1500 °С. Глазурована порцеляна менш термостійка, тому такий фаянс можна використовувати лише до 1200 °С. При тривалому нагріванні такої порцеляни вже при температурі близько 1000 °С глазур розскловується і відшаровується.

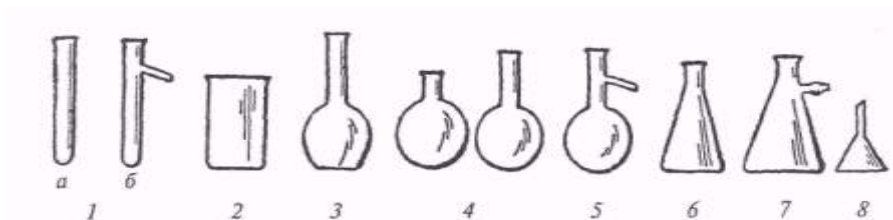
Порцеляна хімічно стійка до дії більшості кислот і кислих розплавів, крім HF і H_3PO_4 . Гідрогенхлорид роз'їдає фарфор при 800 °С, а вище 1000 °С порцеляна руйнується під впливом хлору. При одночасній присутності в цих газах карбонвмісних речовин дія HCl і Cl_2 проявляється при більш низьких температурах. Порцеляна поступово руйнується також і при контакті з розплавами гідроксидів лужних металів, кальцію і барію або їх концентрованими водними розчинами.

До складу порцеляни входять SiO_2 (75 %), Al_2O_3 (19–21 %), K_2O (3–4 %). Порцеляну застосовують для виготовлення тиглів, човників, чашок, ступок, шпательів, склянок та інших виробів. Тонкостінні порцелянові тиглі можна вносити прямо в полум'я газового пальника, а потім охолоджувати до кімнатної температури. Товстостінні склянки та чашки необхідно нагрівати з обережністю, їх не можна гріти на відкритому полум'ї, а потрібно застосовувати сітки з азбестовою накладкою.

Хімічний посуд

Хімічний посуд, що випускається для потреб лабораторій, надзвичайно різноманітний. Треба уникати проведення конкретного хімічного експерименту в посуді не призначеному для нього. Можливість здійснення синтезу речовини з максимальним виходом і необхідною чистотою багато в чому залежить від правильного вибору хімічного посуду і надійного з'єднання його різних видів в лабораторній установці за допомогою шліфів, затворів, трубок і інших сполучних елементів.

Основний хімічний посуд, який використовується у лабораторному практикумі наведено на рисунку 1.1).



1а — пробірка; 1б — пробірка Вюрца; 2— стакан; 3 — колба плоскодонна;
4— колба круглодонна; 5— колба Вюрца; 6— колба конічна; 7— колба
Бунзена; 8— лійка.

Рис. 1.1 Склоаний посуд

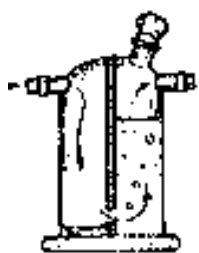
Методика виконання роботи

Кожен студент одержує набір хімічного посуду. Студенти мають ознайомитись із запропонованими зразками посуду, після чого замалювати його в протоколах та дати детальний опис — матеріал, призначення, особливості конструкції та роботи з ним.

Приклад опису завдання



Колба круглодонна з трьома горловинами: призначена для перегонки під вакуумом та проведення різних препаративних робіт, що вимагають розміщення у реакційній зоні термометра, дозатора, мішалки тощо. Дана колба виготовлена з боросилікатного скла, термостійка.



Склянка Дрекслея: призначена для осушування та очищення газів від домішок пропусканням через рідкий поглинач. Виготовлена зі звичайного скла, обладнана трьома тубусами (два для пропускання газу і один для наливання поглинача) та скляною перегородкою, в нижню частину якої впаяний фільтр з поруватого скла.

Завдання та питання самоконтролю

1. Обґрунтуйте вибір матеріалів для виготовлення хімічного посуду.
2. Опишіть основні характеристики хімічного скла.
3. Поясніть необхідність поділу хімічного посуду на групи загального призначення, мірний та спеціальний.
4. Поясніть, яким чином, виходячи із конструктивних особливостей посуду, визначити його призначення.

Лабораторна робота 2. Технохімічні і аналітичні терези та зважування на них

Мета роботи: ознайомлення з принципом роботи аналітичних терезів; засвоєння правил роботи на аналітичних терезах; набуття навичок роботи на аналітичних терезах.

Теоретичні відомості

Терези – прилади для визначення маси тіла. Масу тіла знаходять створенням за допомогою зрівноважуючої сили, що повертає рухливу частину терезів у вихідне положення рівноваги, тобто терези є порівнюючим пристроєм.

У лабораторній практиці одиницею маси m є грам (г) і міліграм (мг). Лабораторні терези традиційно ділять на **технохімічні** (звичайно більш грубі) і **аналітичні**.

За способом створення зрівноважуючої сили терези поділяють на *механічні гирьові* (рівноплечі та нерівноплечі) і *квадрантні* (маятниковий врівноважуючий пристрій), *пружинні* (торсійні), *гідростатичні* та деякі інші.

Методи зважування поділяють на дві принципово різні групи – метод порівняння з мірою та метод безпосередньої оцінки. За методом порівняння з

мірою масу вантажу приймають за таку, що дорівнює масі порівнюваних з ним гирьок (просте зважування) або обчислюють як суму значень маси гирьок і показань терезів (точне зважування). Метод безпосередньої оцінки полягає у визначенні маси наважки за відліковим пристроєм терезів без застосування гирьок.

У більшості сучасних механічних лабораторних терезів використовується диференційний метод зважування, при якому більша частина вимірюваної маси тіла (понад 99 %) врівноважується гирями або противагою (нульовий метод), а мала різниця, що залишилася, між масою зважуваного тіла і масою гирьок визначається за кутом відхилення коромисла від вихідного положення рівноваги (безпосередній метод) за допомогою відлікових шкал.

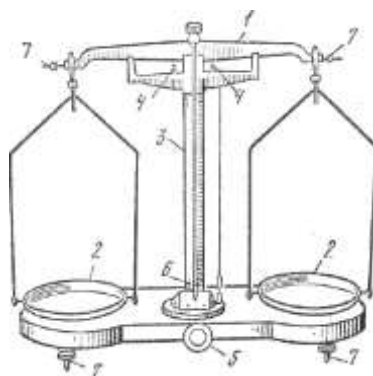
В залежності від характеру експерименту, що виконується, зважування проводять з різним ступенем точності. При зважуванні на технохімічних терезах (рис. 2.1) точність зважування $\pm 0,01$ г. Головною їх частиною є рівноплечове коромисло 1, до якого підвішені чашки 2. Коромисло за допомогою призми спирається на колонку 3. Терези забезпечені спеціальним пристроєм - аретиром 4, який дозволяє злегка піднімати коромисло над опорою, завдяки чому охороняється від зносу призма. В неробочому стані, а також при кожній зміні навантаження на чашках терези повинні бути аретовані. Коли навантаження на чашках встановлене, терези переводять в робоче положення плавним поворотом ручки аретиру 5 і спостерігають за коливаннями коромисла за показниками стрілки 6. Терези забезпечені також регулювальними гвинтами 7 для горизонтальної установки за відвісом і для врівноваження при ненавантажених чашках.

До терезів додається коробочка з наважками наступного номіналу: 100; 50; 20; 20, 10, 5, 2, 2; 0,5; 0,2; 0,2; 0,1; 0,05; 0,02; 0,02; 0,01 г.

Правила зважування на технохімічних терезах

1. Починаючи зважування, потрібно переконатися, що терези встановлені горизонтально і на чашках немає залишених предметів і наважок, просипаних реактивів тощо.

2. Перевірити нульову точку терезів. Для цього плавно повернути ручку аретира і спостерігати коливання коромисла. Якщо стрілка відхиляється вправо і вліво на однакове число поділок, то нульова точка терезів збігається з нулем шкали. У разі необхідності регулювання терезів проводиться лаборантом.



1 – рівноплечове коромисло, 2 – чашки, 3 – колонка, 4 – аретир, 5 – ручка аретира, 6 – стрілка, 7 – регулювальні гвинти.

Рис. 2.1 Технохімічні терези

3. На ліву чашку терезів розміщують зважуваний предмет, на праву – наважку. Не можна зважувати забруднені, мокрі або гарячі предмети і насипати хімічні речовини безпосередньо на чашку терезів.

4. Класти на терези і знімати предмети і наважки можна тільки в аретованому положенні терезів.

5. Наважки ставлять на чашку терезів пінцетом. Кожен раз після установки або заміни наважки ручку аретира повертають і перевіряють відхилення стрілки. При наближенні терезів до стану рівноваги відхилення стрілки стають більш плавними.

6. Спосіб найбільш швидкого досягнення рівноваги терезів полягає в послідовному підборі наважок, починаючи з великих і закінчуючи найменшими.

***Приклад:** Нехай потрібно зважити предмет, маса якого дорівнює 33,18 г. Почати підбір наважок слід з такою наважкою, яка явно перевищує масу предмета, наприклад з 50 г.*

7. Визначивши набір наважок, при якому терези знаходяться в рівновазі, підраховують масу і записують у лабораторний журнал.

8. Забирають наважки пінцетом з чашки терезів в коробочку і знімають зважуваний предмет.

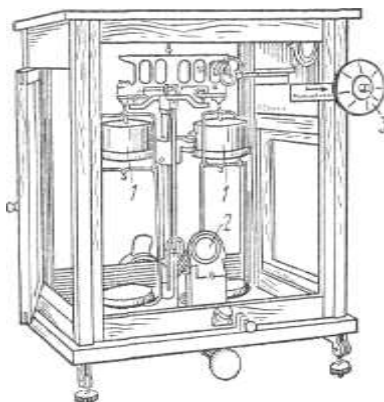
9. Якщо зважують на терезах розраховану кількість речовини, то, зваживши тару, додають на чашку терезів наважку відповідної маси, а в тару насипають речовину в кількості, необхідній для встановлення рівноваги. Насипаючи речовину шпателем або порцелянової ложкою, тару щоразу знімають з чашки терезів щоб уникнути її забруднення.

10. Після закінчення зважування терези повинні залишатися готовими до подальшої роботи.

У хімічному аналізі потрібна підвищена точність зважування (до $\pm 0,0001$ г). Для цього застосовують аналітичні терези різної конструкції. Вони обладнані твердими призмами, які слугують опорами коливань самого коромисла і підвішених на ньому чашок. Від збереження призм залежить точність зважування. Спеціальний пристрій (аретир) роз'єднує призми і опори в неробочому положенні терезів. Для оберігання від пилу і випадкових коливань повітря терези розміщують у скляні вітрини.

Демпферні аналітичні терези АДВ-200 (рис. 2.2) відрізняються наявністю демпферів 1, які швидко гасять коливання коромисла. Крім того, стрілка цих терезів зв'язана з оптичним пристроєм, що дозволяє відраховувати на оптичній шкалі 2 міліграми і десятку частку міліграма. Наважка від 0,01 до 0,5 г в цих терезах навантажується на спеціальну планку

коромисла поворотом лімбу 3. На чашку ставляться тільки важка з масою більше 1 г.



1 – демпфери, 2- оптична шкала, 3 - лімб

Рис. 2.2 Демпферні аналітичні терези

При зважуванні на аналітичних терезах забороняється:

- а) ставити на терези гарячі або вологі предмети;
- б) зважувати леткі речовини у відкритій тарі,
- в) зважувати на звичайному папері (тільки на кальці);
- г) переносити наважки руками;
- д) брати наважки з інших наборів;
- е) залишати терези після зважування не приведеними в стан рівноваги;
- ж) відходити від терезів під час зважування;
- з) починати зважування, не поклавши поруч з терезами лабораторний журнал.

Правила зважування на аналітичних демпферних терезах.

1. Підключити терези до електричної мережі для забезпечення освітлювання оптичної шкали.

2. Оглянути терези: дверцята вітрини повинні бути закриті, чашки не навантажені і чисті, пристрої для навішування міліграмових наважок (лімби) встановлені в нульовому положенні.

3. Плавно повернути ручку аретира вліво до відмови. На екрані при цьому повинна з'явитися оптична шкала, що рухається. Після зупинки шкали нульове ділення має збігатися з вертикальною чорною лінією на екрані. Якщо виявлено невелике відхилення від нуля, то потрібно відрегулювати положення екрану поворотом спеціальної ручки. Після цього знову аретувати терези і ще раз перевірити встановлення нульової точки.

4. На лівій чашці терезів розміщують зважуваний предмет і закривають дверцята.

5. На праву чашку терезів пінцетом поміщають наважки, починаючи з найбільшого за номіналом, орієнтовно оцінивши масу предмета. Поставивши наважку на чашку терезів, лівою рукою злегка повертають ручку аретира, не відпускаючи її. Якщо на екрані з'являються шкала з від'ємними значеннями, це означає, що маса наважки більше маси предмета; зазвичай так буває на початку зважування: шкала з позитивними значеннями з'являється, коли маса наважки менше маси предмета. Ручку аретира повертають у вихідне положення. Наважку, що перевершує за масою предмет, замінюють на чергову меншу і знімають показники шкали до отримання значення наважки, що відповідає цілому числу грамів даного предмета. Після цього дверцята з правої сторони терезів закривають.

6. Навантаження від 0,1 до 0,9 г поміщають на правому плечі коромисла плавним поворотом зовнішнього диска (великого лімба) в правій верхній частині захисного короба. Спочатку доцільно встановити диск на 0,5 г і перевірити показання шкали. Подальшим обертанням диска в будь-яку сторону поступово наближаються до маси предмета. Знайшовши число десятих часток грама, починають встановлювати соті частки обертанням внутрішнього диска (малого лімба). Послідовність дій така ж, як при обертанні зовнішнього диска. У міру наближення навантаження до маси

предмета відхилення коромисла стають повільними, і тоді потрібно перейти від неповного повороту ручки аретиру до повного повороту та до спостереження за оптичною шкалою.

В лабораторний журнал записують масу предмета, ставлячи перед комою масу наважок на чашці, перші дві цифри після коми – показники на лімбах спочатку великому, а потім малому, дві наступні цифри – показники оптичної шкали. Записавши результат, терези переводять в аретоване положення.

7. Знімають зважений предмет, диски обережно переводять в нульове положення, наважки знімають з чашки і, на закінчення, перевіряють незмінність нульової точки терезів.

В аналітичних терезах новітніх типів рівноваги знаходяться біля коромисла (вбудовані гирі) і навішуються на нього або механічним, або автоматичним пристосуванням при зважуванні речовини. У цьому випадку підбирання гир стає набагато легше і простіше, усувається необхідність у ретельному центруванні на чашці гир великої маси. Виключається також відкривання дверцят терезів, і тому усередині їх не створюються повітряні вихри, що порушують температурний режим зважування.

У сучасних аналітичних терезах застосовують для відліку відхилення стрілки оптичні пристрої, що дозволяють доводити точність відліку до 0,001...0,005 мм. Для зменшення числа коливань коромисла біля положення рівноваги, а отже, і переміщення стрілки зі шкалою або уздовж шкали, застосовують заспокоювачі коливань – демпфери.

Демпфер (нім. Dampfer – глушитель) може мати різну будову. Найбільшого поширення набули демпфер Кюрі і пластинчастий демпфер. При нахиленні коромисла терезів верхній стакан демпфера Кюрі стискає в нижньому нерухомому стакані повітря і змушує його виходити по довгому звивистому шляху назовні. Робота виходу повітря відбувається за рахунок енергії коливань коромисла, що і приводить до швидкого гальмування коливань.

У пластинчастому демпфері роль верхнього стакану виконує плоский диск-поршень, жорстко скріплений з кінцем коромисла терезів. Диск пересувається в стакані з невеликим радіальним зазором. Такий демпфер застосовують переважно у двопризменних терезах.

Чутливість терезів – це мінімальна зміна маси, яку терези у змозі визначити. Чутливість коромислових терезів визначають числом поділок шкали, яку вказує стрілка коромисла при навантаженні чашки 1 мг. Чим менше маса предмета, що викликає відхилення стрілки на одну поділку шкали, тим більш чутливі терези. Чутливість терезів – це ціна (у мг) однієї поділки шкали.

Методика виконання роботи

Студенти мають детально ознайомитись з конструкцією різних типів терезів, особливо наявних у лабораторному приміщенні та вивчити принцип дії, замалювати їх загальний вигляд та будову окремих елементів (вейтографа, демпфера, коромисла, арретира). Після ознайомлення з конструкцією терезів студенти одержують контрольні зразки, масу яких вони мають точно визначити.

Завдання

Ознайомитись з конструкцією технічних та аналітичних механічних терезів. Замалювати їх загальний вигляд та позначити основні елементи. Для аналітичних терезів замалювати будову таких вузлів як демпфер, арретир та описати принцип їх дії.

Провести зважування трьох різних предметів на технічних, технічних електронних, техно-хімічних і аналітичних вагах та оцінити точність зважування.

Результати представити у вигляді таблиці 2.1.

Таблиця 2.1. Результати зважувань

Предмет	Вид вагів			
	Технічні електронні	технічних	техно- хімічних	аналітичних
Стакан				
Бюкс				
Лійка				
Калька				
калька з наважкою				
Наважка				

Завдання та питання для самоконтролю

1. Наведіть класифікацію терезів з механічним типом створення врівноважуючої сили.
2. Опишіть конструкцію технохімічних терезів.
3. Опишіть конструкцію аналітичних терезів.
4. Поясніть правила роботи на аналітичних терезах та вимоги до місця їх встановлення.

Лабораторна робота 3. Мірний посуд та правила роботи з ним. Перевірка мірного посуду

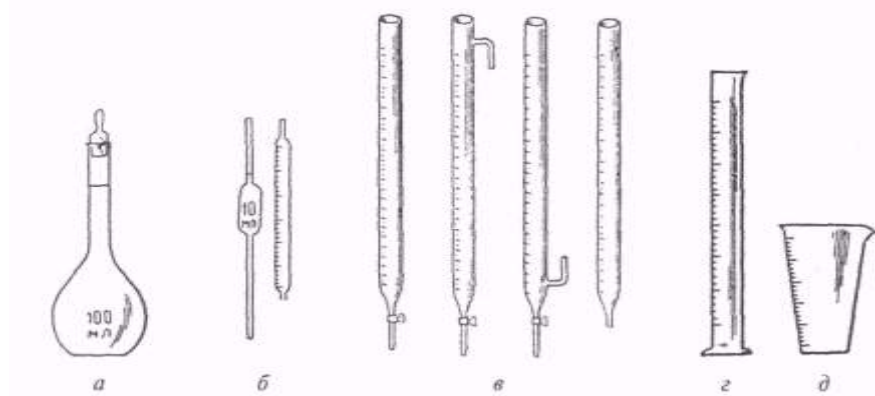
Мета роботи: ознайомитися з основними видами мірного посуду та правилами роботи з ним. Здійснити перевірку мірного посуду на відповідність номінального об'єму дійсному та встановити точність калібрування градуйованих піпеток. Робота з пробовідбірниками різного типу та освоєння навичок роботи з піпетками.

Теоретичні відомості

Правила користування мірним посудом

Для точного вимірювання об'єму рідини використовують мірний посуд з мітками, що вказують на їх номінальний об'єм. До мірного посуду належать бюретки, мірні колби, піпетки, мірні циліндри, мензурки і градуйовані пробірки.

Користуватися слід тільки добре вимитим посудом. Піпетки і бюретки перед використанням сполоснути 2-3 рази невеликими порціями розчину, який мають вимірювати. Після закінчення роботи піпетки миють дистильованою водою (у випадку роботи з водними розчинами) або етиловим спиртом, прополіскують 2-3 рази дистильованою водою, встановлюють в штатив для піпеток або в сухий скляний циліндр і прикривають паперовим ковпачком або перевернутою пробіркою для захисту від пилу.



а — мірна колба; б — піпетки; в — бюретки; г — мірний циліндр; д — мірна мензурка

Рис. 3.1. Мірний посуд

Мірний посуд, що випускається промисловістю, калібрований на вливання чи виливання. Бюретки, колби, піпетки, що використовуються для точних вимірювань, калібрують за зразком, зазвичай при 20 °С. Згідно з цим

бюретки, мірні колби і піпетки виготовляються 1-го чи 2-го класів точності. Допустиме відхилення для бюреток і градуйованих піпеток 1-го класу точності відповідає половині ціни найменшого ділення шкали, для 2-го класу — ціни найменшого ділення шкали.

Зміна об'єму мірного посуду внаслідок стискання або розширення скла при зміні температури незначні, що дає можливість користування нею при температурі, що відрізняється від 20 °С на декілька градусів, без поправки. Наприклад, об'єм колби ємністю 1 дм³, каліброваної при 20 °С буде при 26 °С дорівнювати 1000,15 см³.

Бюретки. Бюретки призначаються для вимірювання точних об'ємів рідини при титруванні і для других операцій. Прямі бюретки випускаються з краном і без нього. Бюретки без крану — це скляні градуйовані трубки, верхній кінець яких відкритий, а нижній закінчується оливою. На оливу надівається затвор, що складається з резинової трубки 6-7 см довжиною, в яку попередньо вставлена скляна намістина, що закриває простір трубки. Замість намістини можна застосовувати металічний пружинний затиск. У вільний кінець резинової трубки вставляють скляну трубку з відтягнутим кінцем довжиною 5-6 см. Прямі бюретки з одно- і двоходовим спусковими кранами випускаються також з боковим відводом. Відвід служить для заповнення бюретки титрованим розчином із запасної ємності. Бюретки випускаються у звичайному виконанні і з автоматичною установкою нуля. мікро бюреток випускаються 1-го і 2-го класу точності. Відхилення від номінального об'єму мікро бюреток при 20 °С на весь об'єм для бюреток 1 класу точності $\pm 0,006$ см³, для бюреток 2 класу точності $\pm 0,015$ см³.

В лабораторній практиці найбільшого поширення отримали бюретки з автоматичним нулем і склянкою. Меніск розчину, що надходить, автоматично встановлюється на нульовій мітці. При створенні тиску в склянці за допомогою резинового нагнітаючого балону рідина піднімається по зовнішній трубці, що живить, і заповняє бюретку вище нульової позначки. Як тільки припиниться нагнітання повітря, надлишок рідини зливається в

склянку через ту саму трубку, отвір якої знаходиться на рівні нульової відмітки. Випускаються такі бюретки 2 класу точності.

Перевірка мірних піпеток на відповідність класу точності

В практиці хімічних лабораторій інколи доводиться перевіряти об'єм піпеток, бюреток і мірних колб. Така необхідність виникає при проведенні вимірювань з підвищеною точністю, при сумнівах в стандартності мірного посуду, при отриманні мірних виробів із ремонту.

Перевірка мірного посуду полягає у визначенні його дійсного об'єму $V_{\text{дійс}}$. В результаті перевірки знаходять поправку, яка являє собою різницю між дійсним об'ємом і номінальним, позначеному на посуді, що перевіряється $V_{\text{ном}}$:

$$\Delta V = V_{\text{дійс}} - V_{\text{ном}}$$

Мірний посуд перевіряють, визначаючи масу дистильованої води, що міститься в ній або вилитої з неї при певній температурі і певному барометричному тиску. За масою води, користуючись таблицями, розраховують дійсний об'єм посуду і границі похибки (відхилення від об'єму, вказаному на мірному виробі).

За одиницю об'єму приймають дійсний 1 дм³, тобто об'єм, який займає вода масою в 1 кг при 3,89 °С і нормальному атмосферному тиску 1013 гПа (760 мм.рт.ст.).

При перевірці мірного посуду можна користуватися таблицею 3.1, що показує, яку масу дистильованої води певної температури треба взяти при такій самій температурі повітря і нормальному атмосферному тиску, щоб об'єм її відповідав 1 дм³ при 20 °С.

Таблиця 3.1. Густина води при різних температурах

Температура води і повітря, °C	Густина води, г/дм ³	Поправка на атмосферний тиск
15	997,925	0,00142
16	997,798	0,00141
17	997,659	0,00141
18	997,510	0,00140
19	997,349	0,00140
20	997,177	0,00139
21	996,995	0,00139
22	996,802	0,00138

Дані таблиці 3.1 розраховані на нормальний атмосферний тиск. Якщо тиск нижче нормального, то на кожний міліметр різниці додають поправку, вказану в таблиці 3.1.

Якщо тиск води вище нормального, поправку відповідно вираховують. Різниця між табличною і фактичною масою води відповідає ΔV в см³. Допустимі похибки дійсного об'єму від номінального наведені в таблиці 3.2.

Таблиця 3.2 Границі допустимого відхилення ΔV для піпеток 2 класу із різним об'ємом:

ΔV , см ³		
V , см ³	з однією відміткою	градуированих
100	0,16	0,20
50	0,10	0,16
25	0,08	0,10
20	0,06	0,10
15	0,04	0,10
5	0,02	0,05
3	0,01	0,01
2	0,01	0,01
0,5	0,01	0,01

Хід виконання роботи

Перед перевіркою мірний посуд ретельно очищують. Посуд вважають

чистим, якщо при виливанні дистильованої води остання не збирається на внутрішніх стінках у вигляді струменів, смужок чи крапель; внутрішня частина скляного посуду повинна залишатися рівномірно покритою тонкою плівкою води. Після очищення посуду калібрований на вливання висушують, а на виливання – безпосередньо перед перевіркою змочують дистильованою водою.

При перевірці піпеток на аналітичних терезах визначають масу бюксу або колби з притертою пробкою, що містять у крайньому випадку трикратний об'єм піпетки. Дистильовану воду для перевірки піпетки наливають у велику колбу і тримають її не менше години поблизу терезів, щоб вода прийняла температуру повітря у ваговій кімнаті.

Піпетку з одною міткою заповнюють водою, і спускають воду в бюкс або колбу (рис. 3.2). Бюкс закривають кришкою і зважують. Не виливаючи воду з бюкса, опускають в нього знову повну піпетку води і знову зважують. Таким же чином вимірювання проводять і в третій раз. Із трьох значень маси води беруть середню величину. Користуючись таблицею 3.1, вносячи поправку на барометричний тиск, обчислюють дійсний об'єм піпетки, що перевіряють.

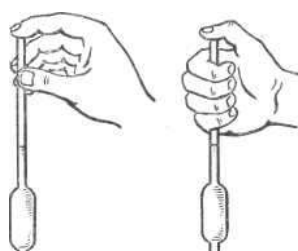


Рис. 3.2. Зразок правильного та не правильного відбору проб піпеткою
(відповідно)

Градуировані піпетки перевіряють за масою води, вилитої з піпетки від нульової позначки до різних позначок, наприклад від 0 до 2 см³, від 2 до 4 см³, при певній температурі. Прийоми і техніка роботи такі ж самі, що і при

перевірці не градуйованих піпеток. Всі вимірювання проводять після повного стікання рідини зі стінок піпетки.

Користуючись таблицею 3.1, знаходять масу, яку повинна мати вода при даній температурі і атмосферному тиску, і визначають різницю між номінальним та дійсним об'ємом піпетки, що перевіряється, в цілому та на окремих її відрізках (від 0 до 10 см³, від 0 до 20 см³ і т.п.).

Перевірка мірних колб на відповідність класу точності

Перевірка мірних колб здійснюється з урахуванням особливостей їх калібрування. Мірні колби, підготовлені до перевірки на виливання, встановлюють на рівну горизонтальну поверхню і заповнюють дистильованою водою на декілька см³ нижче мітки. Після того, як вміст колб прийме температуру вагової кімнати, додають воду піпеткою точно до мітки. Потім із колби виливають воду в попередньо зважений стакан або конічну колбу. Дають стекти краплям води протягом 10-20 с і зважують колбу з водою. Після відрахування маси тари отримують значення маси води, вилитої з мірної колби. Зважування повторюють три рази і знаходять середню масу вилитої води. Користуючись таблицею 3.1, знаходять дійсний об'єм води, вилитої з мірної колби, що перевіряється, при даній температурі.

Для перевірки мірних колб на вливання після очищення слід їх ретельно висушити в сушильній шафі або підігрітому повітрі, ополіскуванням етиловим спиртом або ацетоном, з подальшим продуванням сухим повітрям. Суху мірну колбу залишають на декілька годин біля терезів і зважують з такою точністю, щоб помилка зважування не перевищувала 0,1% від маси води в об'ємі колби, що перевіряється. Потім колбу заповнюють дистильованою водою до мітки, обтирають ззовні фільтрувальним папером і повторно зважують.

Користуючись таблицею 3.3, за масою води знаходять об'єм колби, що перевіряється.

Таблиця 3.3 Границі допустимого відхилення ΔV для мірних колб 2 класу із
різним об'ємом:

V, см ³	
2000	1,00
1000	0,60
500	0,30
250	0,20
200	0,20
100	0,20
50	0,10
25	0,06
10	0,04
5	0,02

Приклад оформлення результатів перевірки мірного посуду

Перевірка мірних колб

Тиск Р, мм.рт.ст.

Температура Т, °С.

У викладача отримують колбу для перевірки, зважують її на аналітичних вагах $m(\text{колби})$, потім набирають в неї дистильованої води по нижньому меніску, обтирають горловину колби від крапель води фільтрувальним папером дають постояти 2–3 хв а потім зважують $m_1(\text{колби+вода})$ і записують результат. Потім виливають воду з колби обертовими рухами горличком вниз, обсушують колбу на фільтрувальному папері і вологу колбу зважують на аналітичних вагах $m_2(\text{колби})$. Методику повторюють три рази. Після виконання усіх зважувань проводять розрахунки:

вага сухої колби $m(\text{колби})$, г;

вага колби з водою $m_1(\text{колби+вода})$, г;

вага вологої колби $m_2(\text{колби})$, г;

вага колби з водою $m_3(\text{колби+вода})$, г;

вага вологої колби $m_4(\text{колби})$, г;

вага колби з водою $m_5(\text{колби}+\text{вода})$, г;

Вага вологої колби $m_6(\text{колби})$, г.

Знаходимо середнє значення маси колби з водою, г:

$$m_{cp}(\text{колба} + \text{вода}) = \frac{m_1(\text{колба} + \text{вода}) + m_3(\text{колба} + \text{вода}) + m_5(\text{колба} + \text{вода})}{3}.$$

Знаходимо середнє значення маси вологої колби, г:

$$m_{cp}(\text{колба}) = \frac{m_2(\text{колба}) + m_4(\text{колба}) + m_6(\text{колба})}{3}.$$

Знаходимо масу води у колбі, г

$$m(H_2O) = m_{cp}(\text{колба} + \text{вода}) - m_{cp}(\text{колба}).$$

Теоретичну масу води розраховують враховуючи залежність від значень температури та тиску у лабораторії у день проведення лабораторної роботи. Потім визначають масу 1дм³ води та поправку на тиск з номінального об'єму аналізованої колби. Якщо тиск більший за 760 мм.рт.ст поправку множать на різницю між тисками та віднімають від знайденої маси:

$$m_{теор}(H_2O) = V_{ном} \cdot \rho(H_2O) \pm \Delta P,$$

де $V_{ном}$ – номінальний об'єм аналізованої колби, см³;

$\rho(H_2O)$ – густина води при температурі дослідів, г/см³ (табл. 3.1);

ΔP – поправка на тиск (табл. 3.1)

$$\Delta V = m_{теор}(H_2O) - m(H_2O).$$

Різниця між табличною і фактичною масою води відповідає ΔV (см³).

Допустимі похибки дійсного об'єму від номінального наведені в табл. 3.2.

Перевірка піпеток на відповідність класу точності

Методика перевірки не градуйованих піпеток аналогічна перевірці мірних колб. Допустимі похибки дійсного об'єму від номінального наведені в таблиці 3.3.

Перевірка градуйованих піпеток: При відборі проби прозорої рідини піпеткою необхідно встановити рівень рідини по нижньому меніску, а інтенсивно забарвленої – по верхньому (рис. 3.3.).

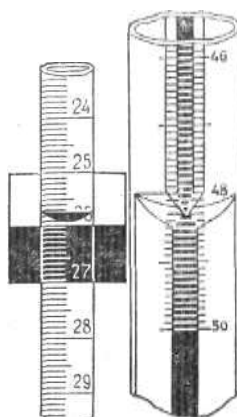


Рис. 3.3. Зразок встановлення мітки по нижньому меніску.

Приклад:

Особливістю перевірки є перевірка градуювання по всій довжині піпетки.

Нехай номінальний об'єм піпетки 5 см^3 , з основними діленнями на 1 см^3 , тоді умовно ділимо піпетку на три діапазони за поділками: 1–3 (2 см^3), 3–5 (2 см^3), 2–4 (2 см^3).

Спочатку зважують сухий бюкс. Далі набирають пробовідбірником воду в піпетку до положення 1, потім повільно опускають в попередньо зважений бюкс стовпчик рідини у піпетці до поділки 3 і зважити бюкс з водою m_2 .

Тиск P , мм.рт.ст.

Температура T , °C.

Вага бюкса m , г;

вага бюкса з водою m_1 , г;

вага бюкса з водою m_2 , г;

вага бюкса з водою m_3 , г.

Знаходимо масу води у бюксі з кожного діапазону, г

Діапазон 1–3:

$$m(H_2O)_{1-3} = m_1 - m.$$

Діапазон 3–5:

$$m(H_2O)_{3-5} = m_2 - m_1.$$

Діапазон 2–4:

$$m(H_2O)_{2-4} = m_3 - m_2.$$

Знаходимо середнє значення маси води, г:

$$m_{cp}(H_2O) = \frac{m_{1-3}(H_2O) + m_{3-5}(H_2O) + m_{2-4}(H_2O)}{3}$$

Теоретичну масу води знаходять за таблицею 3.1 в залежності від температури та тиску у лабораторії у день проведення лабораторної роботи. Знаходять масу 1дм³ води та поправку на тиск з номінального об'єму аналізованої колби. Якщо тиск більший за 760 мм.рт.ст поправку множимо на різницю між тисками та віднімають від знайденої маси.

$$m_{теор}(H_2O) = V_{ном} \cdot \rho(H_2O) \pm \Delta P,$$

де $V_{ном}$ – теоретичний об'єм діапазону вимірювання піпетки (приклад: 2 см³), см³;

$\rho(H_2O)$ – густина води при температурі дослідів, г/см³ (табл. 3.1);

ΔP – поправка на тиск (табл. 3.1)

$$\Delta V = m_{теор}(H_2O) - m(H_2O)$$

Різниця між табличною і фактичною масою води відповідає ΔV в см³.

Допустимі похибки дійсного об'єму від номінального наведені в табл. 3.2.

Завдання та питання самоконтролю

1. Поясніть чим відрізняються мірні колби на виливання та вливання і охарактеризуйте області їх застосування.
2. Охарактеризуйте типи пробовідбірників та особливості роботи з ними.
3. З якою метою проводять перевірку мірного посуду?
4. В чому полягає особливість перевірки градуйованих піпеток?
5. Чи впливає зміна умов зважування (технічні, аналітичні терези) на точність перевірки мірного посуду?

Лабораторна робота 4. Миття та сушіння хімічного посуду

Мета роботи: ознайомитися з основами миття та сушіння посуду різними методами. Засвоїти особливості приготування хромової суміші для миття посуду та порівняти ефективність очищення посуду різної природи забруднень різними миючими засобами.

Теоретичні відомості

Поверхня скляних, порцелянових, металевих і полімерних матеріалів може містити жирові та смолисті забруднення, органічні і неорганічні сполуки та аерозольні частинки. Домішки можуть сорбуватися на поверхні або вимиватися зі стінок хімічного посуду.

На забруднення, що попадають у хімічний посуд з повітря, часто не звертають уваги, тому що вони візуально часто непомітні. Тим часом міське повітря містить пил, до якого входять SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaCO_3 , MgCO_3 , PbO , сполуки купруму, натрію, хлориди, сульфати та інші домішки. Особливо багато в повітрі хімічних лабораторій домішок гідроген хлориду, аміаку та хлориду амонію.

Вміння мити хімічний посуд являється тією частиною лабораторної техніки, знання якої є обов'язковим для кожного працівника лабораторії. Хімічний посуд має бути чистим; без цієї умови працювати неможливо. Тому необхідно навчитися мити посуд так добре, щоб була абсолютна впевненість в його чистоті.

Існує декілька способів миття хімічного посуду.

1) **Миття водою.** В тих випадках, коли хімічний посуд не забруднений смолою, жирними та іншими нерозчинними у воді речовинами, посуд можна мити теплою водою. Посуд вважається чистим, якщо на його стінках не залишається окремих крапель, а вода залишає на них рівномірну тонку плівку.

Якщо на стінках посуду був наліт будь яких солей чи осад, посуд очищають (попередньо змочивши водою) спеціальною щіткою і вже потім остаточно миють водою. При роботі зі щіткою (йоршем) необхідно слідкувати, щоб його нижній кінець не вдарявся ні об дно, ні об стінки посуду, так як цим кінцем можна вибити дно або проломити стінку.

Добре вимитий у теплій воді посуд обов'язково 2-3 рази споліскують дистильованою водою для видалення солей, що містяться у водопровідній воді (наявність солей у водопровідній воді легко виявити за білим нальотом, випарувавши каплю води на часовому склі).

У великих лабораторіях, де наявне окреме приміщення для миття посуду (так звані мийки), інколи застосовуються спеціальні пристосування для миття посуду і парою.

Для миття пробірок водою або парою нескладно зробити в будь-якій майстерні пристосуванням, яке складається з чотирикутної міцної коробки з подвійним дном. У верхнє дно вправлено 65 трубок довжиною по 170 мм і діаметром, який пристосовується до найбільш вживаних пробірок. Кожна така трубка зверху має спіральну пружину. При надіванні на трубку пробірка своїм дном тримається на цій спіралі. Коробка має стік для води і забезпечена двома кранами: один - для води, другий - для пари. Таким чином,

миття пробірок може здійснюватися як водою, так і парою.

Якщо у працівника залишаються непотрібні розчини, які містять солі ртуті, срібла, золота, платини та йоду, то їх не можна виливати в раковину, їх потрібно зібрати в спеціально призначені для цього банки. Із зібраних в них розчинів можна регенерувати зазначені метали.

В раковину також не можна виливати і викидати концентровані розчини кислот і лугів, хромову суміш, що погано пахнуть та ядовиті речовини, металевий натрій. Концентровані кислоти та луги мають бути попередньо добре розбавлені або, найкраще, нейтралізовані з метою запобігання руйнуванню каналізаційної системи. Речовини, що погано пахнуть, та ядовиті речовини мають бути знешкоджені тим чи іншим способом залежно від його характеру. При виливанні їх в раковину можливе їх випаровування та отруєння повітря в лабораторії.

2) Миття парою. Посуд не завжди може бути вимитий однією водою; наприклад, таким способом неможливо видалити забруднення жирними речовинами. Значно кращих результатів можна досягнути, якщо мити посуд струменем водяної пари. Цим способом миття посуду являється найкращим, але він мало застосовується, оскільки вимагає тривалого часу. Якщо зазвичай колбу можна вимити за 5-10 хв, то для миття парою потрібна мінімум година. В тих випадках, коли вимагається особливо чистий посуд, його попередньо миють яким-небудь звичайним способом, після чого піддають пропарюванню.

Миття посуду парою здійснюється наступним чином: в колбу об'ємом 3-5 дм³ до половини наливається вода, на дно розташовують декілька пористих кусочків пемзи або скляні капіляри (для рівномірного та спокійного кипіння). Колба закривається пробкою, яка щільно входить в горловину колби. В пробку вставляється трубка для виведення пари і лійка, через яку буде стікати назад в колбу конденсат із посуду, що миється. Кінець лійки для запобігання прориву пари опущений у воду приблизно на 2-3 см. Верхній кінець трубки вводиться в предмет, що миється, який укріплюється в кільці

або лапці спеціально поставленого штативу. Після миття парою посуд не перевертаючи, висушують або в сушильній шафі, або продуванням чистого повітря, або ж просто на повітрі.

3) **Миття хромовою сумішшю.** Дуже часто в лабораторіях для миття посуду застосовується хромово суміш. Застосування її основане на тому, що хромовокислі солі в кислому розчині є сильними окисниками. Зазвичай для приготування хромової суміші беруть сульфатну кислоту, додають до неї близько 5 % кристалічного подрібненого в ступці порошку $K_2Cr_2O_7$ і обережно нагрівають у фарфоровій чашці на водяній бані до тих пір, поки увесь $K_2Cr_2O_7$ не перейде у розчин.

У тих випадках, коли посуд не відмивається водою, його миють трохи підігрітою хромовою сумішшю, яку обережно наливають в забруднений посуд до $1/3 - 1/4$ об'єму та змочують його внутрішні стінки. Після цього хромову суміш виливають назад в той же посуд, в якому вона зберігається, при цьому намагаються змочити нею не змочені стінки посуду і особливо найбільш забруднені частини. Зливши всю суміш, її змивають не відразу, а дають посуду постояти декілька хвилин. Обмивання посуду хромовою сумішшю проводять спочатку звичайною, краще теплою водою, а потім дистильованою. Іноді цю процедуру з хромовою сумішшю необхідно проводити не один раз.

Одного разу приготовлена хромово суміш служить дуже довго. Після тривалого використання її колір із темно-оранжевого переходить в темно-зелений, що і є ознакою її подальшої непридатності для миття. В лабораторії завжди має бути запас хромової суміші.

Хромово суміш дуже сильно діє на біологічну та рослинну тканини (шкіру та одяг) і тому працювати з нею необхідно дуже обережно. Іноколи доводиться мити такий хімічний посуд, наливати в який хромову суміш досить складно, тому хромову суміш засмоктують в піпетку за допомогою гумової груші без балону. До груші приєднується гумова трубка, кінець якої насаджують на піпетку. Стиснувши рукою грушу, щоб вигнати з неї

повітря, і закривши вказівним пальцем отвір для надходження повітря, піпетку опускають у хромову суміш. Одночасно з цим поступово розжимають руку, завдяки чому всередині піпетки утворюється розрідження і хромово суміш починає набиратися в піпетку. Набравши повну піпетку і протримавши в ній хромову суміш 1-2 хв., забирають вказівний палець від отвору груші та дають рідині стекти. Повторивши дану процедуру декілька разів, піпетку миють як завжди.

Піпетки та бюретки і схожі на них довгі трубки мити хромовою сумішшю зручно також наступним способом. Беруть товстий циліндр такої висоти, щоб трубка могла бути занурена в нього більш ніж на половину. В ньому розміщують трубки, що підлягають миттю і заливають циліндр майже до верху хромовою сумішшю. Давши постояти деякий час, трубки виймають і розміщують в циліндр зворотнім кінцем. Хромово суміш не застосовується, якщо посуд забруднений такими речовинам, як парафін, керосин, віск, мінеральні масла та загалом продукти перегонки нафти. В таких випадках застосовується миття парою або органічними розчинниками.

Необхідно відмітити, що хромову суміш корисно використовувати легко підігрітою, хоча б до 45-50 °С, тоді вона діє сильніше і результат миття нею значно покращується.

Підігріти хромову суміш можна по різному:

- відливши незначну кількість хромової суміші в колбу, її підігрівають на гарячій водяній бані до необхідної температури;
- додаванням до хромової суміші небагато води і концентрованої сульфатної кислоти. Предмет, який необхідно мити, можна також сполоснути гарячою водою.

Якщо хромово суміш попадає на шкіру рук чи одяг, їх необхідно насамперед зняти ганчіркою з поверхні шкіри, обмити великою кількістю води, а потім розчином соди або аміаку.

Хромова суміш складається з дихромату калію і концентрованої сульфатної кислоти (5–9 г $K_2Cr_2O_7$ або $Na_2Cr_2O_7$ на 100 см³ концентрованої H_2SO_4). Ця суміш у результаті реакції



містить деяку кількість оксиду хрому (VI) – більш сильного окисника, ніж дихромат калію і концентрована сульфатна кислота. Суміш руйнує більшість органічних речовин і перетворює сполуки металів у добре розчинні сполуки у воді.

Обробку посуду проводять у витяжній шафі, тому що суміш виділяє отруйний і леткий оксид CrO_3 . Суміш стає непридатною, як тільки вона набуває зеленого забарвлення в результаті відновлення Cr^{6+} до Cr^{3+} . Зберігають суміш у товстостінній порцеляновій склянці, закритій товстою скляною пластинкою. Хромова суміш непридатна для очищення скляних пористих фільтрів та інших пористих мас через сильну адсорбцію іонів хромату порами (фільтри набувають зеленого забарвлення). Іони хрому не вилучаються з пор навіть при багаторазовому кип'ятінні скляних фільтрів у чистій воді.

4) Миття перманганатом калію. Крім хромової суміші хорошим засобом для миття посуду являється 5 % розчин $KMnO_4$.

Розчин $KMnO_4$ є сильним окисником, особливо підігрітий і підкислений сульфатною кислотою; його наливають в посуд, який необхідно попередньо вимити гарячою водою і щіткою. Потім тонким струменем додають небагато сульфатної кислоти, що викликає розігрівання, яке цілком достатнє для видалення забруднення. Сульфатну кислоту необхідно брати без значного надлишку, в такій кількості, щоб після її додавання температура розчину була 50-60 °С. Зазвичай до 100 см³ розчину $KMnO_4$ є достатнім додавання 3-5 см³ сульфатної кислоти.

Необхідно брати саме сульфатну кислоту і ні в якому разі не соляну,

оскільки остання буде окиснюватися перманганатом до вільного хлору, що може призвести до отруєння працівників.

Інколи після миття посуду перманганатом на його стінках з'являється бурий наліт, який можна видалити, сполоснувши посуд слабким розчином щавелевої або іншої органічної кислоти. Після цього посуд миють водою. При роботі з кислим розчином перманганату калію необхідно дотримуватися тих же прийомів миття і заходів обережності, які описані вище для хромової суміші. Відпрацьований кислий розчин перманганату калію зазвичай виливається і повторно не використовується. Якщо ж розчин перманганату калію не підкислений, його можна використовувати декілька разів. Кислим розчином перманганату дуже добре очищаються ртутні насоси, трубки барометрів та ін.

В деяких випадках після обробки поверхні скляного посуду солями хрому та перманганатом, його обробляють концентрованим розчином лугів для очищення стінок посуду від іонів хрому та мангану, які хімічно взаємодіють із наступним розчином.

5) Миття сульфатною кислотою. Коли посуд забруднений смолистими речовинами, нерозчинними у воді, а також в тих випадках, коли в лабораторії немає готової хромової суміші, посуд можна мити концентрованою сульфатною кислотою або концентрованим (до 40 %) розчином лугу NaOH. Смоли здебільшого розчиняються або в кислоті, або в лузі, і замість того, щоб для їх видалення витратити дорогі органічні розчинники, необхідно використовувати спочатку сульфатну кислоту або луг. Для цієї мети в посуд наливають кислоту або луг в такій кількості, щоб їх об'єм дорівнював об'єму смоли або був трохи більше останнього, але так, щоб можна було без ризику струсити посуд. Коли смоли дуже багато, процедуру необхідно проводити декілька разів. Час обробки кислотою або лугом залежить від особливостей смоли. В одних випадках смолу можна видалити струшуючи колбу протягом 5-10 хв, в інших випадках доводиться обробляти смолу протягом кількох годин, періодично струшуючи колбу.

Працювати з концентрованою сульфатною кислотою і лугом необхідно обережно; кислоту не можна виливати в раковину. Забруднена смолою сульфатна кислота або луг обов'язково повинні зливатися в спеціальну глиняну або скляну банку, яка завжди повинна стояти біля водопровідної раковини. Зливати в одну банку кислоту та луг не можна, оскільки при цьому буде проходити нейтралізація, яка супроводжується сильним розігрівом, внаслідок якого те, що міститься в банці, може розбризкатися.

Крім розчинів гідроксиду натрію або калію корисно користуватися і менш сильні луги, наприклад, вапняне молоко, що досить зручно для миття посуду, забрудненого гасом. Для цього в посуд наливають розчин вапняного молока (5-10 %) і енергійно струшують, повторюючи операцію 2-3 рази. Не слід брати багато вапняного молока; на колбу ємністю 1 дм³ достатньо 100-200 см³.

Після обробки вапняним молоком посуд миють теплою водою.

6) Миття органічними розчинами. До органічних розчинників відносяться ацетон, спирт, петролейний ефір, бензин, CCl₄ та інші розчинники.

Органічні розчинники застосовуються для видалення з посуду смолистих та інших органічних речовин, які не розчинилися ні у воді, ні в кислоті, ні в лузі. Більшість органічних розчинників вогненебезпечні, а тому операції з ними мають проводитися подалі від вогню обов'язково під витяжною шафою. Викидати ці забруднені органічні розчинники не варто, їх необхідно збирати кожен окремо та час від часу регенерувати. Регенерація полягає в тому, що забруднений розчинник очищується перегонкою.

7) Миття іншими миючими засобами. Для миття посуду можуть використовуватися й інші речовини, наприклад, мило, та особливо 10%-вий розчин фосфату натрію, який має гарні миючі властивості.

При митті колб водою, милом і фосфатом натрію буває корисно накидати всередину колби шматочки чистого фільтрувального або іншого м'якого паперу, механічно видаляючи зі стінок забруднення, що пристали.

Суміш Комаровського складається з рівних об'ємів 5–6 %-вого водного розчину пероксиду водню і 6 М хлоридної кислоти. Її застосовують для видалення поверхневих забруднень зі скла, кварцу та полімерних матеріалів. Ця суміш залишає поверхню більше чистою, чим хромова або перманганатна. Перед використанням суміш Комаровського підігрівають до 30–40 °С, а після ополіскування посудин чистою водою перевіряють на відсутність у воді іонів Cl^- (проба з AgNO_3).

Абсолютно недопустимо застосовувати для механічної чистки посуду пісок, оскільки він руйнує скло з утворенням мікротріщин. При нагріванні посуду, який має подряпини, зазвичай тріскається.

Методом контролю чистоти відмитої скляної та кварцової поверхні є спостереження за поведінкою на ній водяної плівки. Якщо поверхня вільна від домішок гідрофобних речовин (малорозчинні речовини, які не взаємодіють з водою), то водяна плівка розподіляється тонким рівномірним шаром, змочуючи всю поверхню посудини без розривів у водяній плівці. Забруднена поверхня змочується водою нерівномірно, окремими ділянками.

Сушіння хімічного посуду

Добре вимитий посуд в деяких випадках має бути добре висушений. Сухий посуд потрібен, коли робота повинна проводитись за відсутності слідів вологи. Якщо ж робота буде проводитися з водними розчинами, то, як правило, сушіння посуду нераціональне. Сушіння посуду може проводитися по-різному:

1) сушіння на кілочках є найпоширенішим способом. З цією метою в лабораторії має бути спеціальна дошка з кілочками, яка зазвичай розміщується над раковиною для миття посуду. Вимитий посуд надівається на кілочки і залишається на них до тих пір, доки не висохне. Необхідно слідкувати за чистотою кілочків і протирати їх.

Щоб уникнути можливого забруднення посуду об кілочки, їх необхідно попередньо обгорнути чистим фільтрувальним папером і вже потім розміщувати на них посуд. Коли на кілочках сушиться лійка, її також корисно обгорнути шматком фільтрувального паперу, особливо якщо посуд залишається на кілочках до ранку наступного дня;

2) сушіння на сушильному столі. Недоліком сушіння посуду на кілочках є його можливе забруднення. Тому в аналітичних лабораторіях, для яких чистота посуду є надзвичайно важливою, користуються сушильними столами. Це звичайний стіл, в кришці якого прорізані круглі отвори різного діаметру. Вимитий посуд розміщують в гніздо відповідного діаметру. Таким чином, внутрішня поверхня ємності уникає забруднень. На деякій відстані від кришки столу, під нею влаштовується пласка лійка із тонкого шару металу, для запобігання стікання води на підлогу;

3) сушіння повітрям. Коли вимитий посуд відразу використовується, сушіння можна проводити струменем повітря. В тих лабораторіях, де немає підведення стисненого повітря, для сушіння необхідно використовувати гумові груші. Сушити можна як холодним, так і нагрітим повітрям. В обох випадках вільний кінець гумової груші насаджується на скляну з оплавленим кінцем трубку такої довжини, щоб вона підходила до дна і зверху залишався ще кінець її приблизно 10 см. Через посуд, що висушується, продувають повітря до повного видалення слідів вологи. Якщо висушується піпетка, то її можна насадити безпосередньо на гумову трубку груші.

При сушінні теплим повітрям скляна трубка або посуд нагріваються над вогнем або у полум'ї, що коптиє при безперервному продуванні повітря. Нагрівання має проводитися обережно, оскільки у випадках нерівномірного нагрівання посуд може тріснути від каплі води, що знаходиться на стінках, тому посуд потрібно постійно повертати.

Мірний посуд (піпетки, мірні колби) нагрівати над полум'ям не можна;

4) сушіння спиртом та ефіром. Іноді буває необхідно швидко висушити той чи інший посуд. В такому випадку, витерши посуд зверху

фільтрувальним папером, його ополіскують спочатку чистим етиловим спиртом, а потім чистим сірчаним ефіром. Пари ефіру видаляють продуванням холодного повітря.

Цей прийом висушування оснований на тому, що при ополіскуванні ефіром, в ньому розчиняється спирт; сам же ефір, маючи низьку температуру кипіння, легко випаровується при продуванні повітря. Залишки спирту та ефіру виливати в раковину не слід; вони повинні збиратися окремо для регенерації;

5) сушіння в сушильній шафі. Швидко висушування посуду можна проводити також у сушильній шафі. Звичайно в сушильну шафу посуд ставлять після того, як він деякий час постояв перевернутим, в результаті чого з нього витікає вся зайва рідина. Сушіння має проводитися при температурі 80-100 °С. На полицю шафи необхідно покласти шматок чистого фільтрувального паперу. Після сушіння в сушильній шафі посуд відразу використовувати не можна, він має охолонути.

При митті посуду необхідно пам'ятати наступне:

1. посуд завжди має бути вимитий максимально чисто і ополіснутий дистильованою водою;
2. при роботі з йоршем необхідно слідкувати, щоб нижнім кінцем не пробити дно і не проломити стінки;
3. при сушінні посуду необхідно слідкувати, щоб він не забруднився;
4. при митті посуду різними органічними розчинниками останні необхідно економити;
5. цінні осадки та розчини (йод, срібло, платина, ртуть та ін.) при підготовці посуду до миття не можна виливати чи викидати в раковину, а потрібно зібрати в окремі склянки;
6. концентровані розчини кислот та лугів, речовин, що погано пахнуть, та отруйних речовин, хромову суміш, металевий натрій, не можна

викидати/вилити до раковини;

7. при митті кислотами, лугами, хромовою сумішшю необхідно дотримуватися всіх правил і норм техніки безпеки.

Хід виконання

Після ознайомлення з посудом студенти мають приготувати згідно із завданням викладача одну із описаних вище хімічних сумішей для миття посуду, при цьому необхідно дотримуватись усіх вимог техніки безпеки. Суміш готується змішуванням компонентів у термостійкому хімічному стакані і потім переливається в заздалегідь заготовлену склянку, яку потім закривають та наклеюють на бічну поверхню етикетку із необхідною інформацією. Приготовлена хімічна суміш надалі використовується для миття посуду.

Приготування хромової суміші

Об'єм води – 100 см³.

Маса K₂Cr₂O₇ – 6 г.

Об'єм сульфатної кислоти ($\rho = 1,84$ г/см³) – 100см³.

Наважку K₂Cr₂O₇ зважену на технічних вагах перенести у ступку і гарно розтерти товкачиком до зміни забарвлення з інтенсивного оранжевого до жовтого. Потім додати невелику кількість води в ступку, розтерти та кількісно перенести у порцеляновий стакан і помістити його у витяжну шафу. Далі робота проводиться у витяжній шафі. Циліндром відміряти 100 см³ H₂SO₄ і додати до розтертого дихромату калію при постійному перемішуванні.

Миття запропонованих зразків посуду проводять згідно із встановленим порядком, корегуючи його відповідно до стану поверхні, – спочатку миття за допомогою йоржиків, потім знежирюючими розчинами і далі за допомогою хімічних сумішей із ретельним промиванням

водопровідною водою між операціями та дистильованою – наприкінці миття. Після очищення посуду проводять аналіз контролю чистоти поверхні та сушать посуд. Відмитий та висушений посуд має бути продемонстрований викладачу.

Завдання та питання самоконтролю

1. Назвіть основні етапи очищення хімічного посуду.
2. Які існують суміші для миття хімічного посуду?
3. Опишіть роботу з сумішами для миття хімічного посуду та правила їх зберігання.
4. Назвіть способи контролю чистоти поверхні посуду.
5. Охарактеризуйте основні забрудники, які присутні у повітрі хімічної лабораторії.

Лабораторна робота 5. Визначення густини речовин різних агрегатних станів

Мета роботи: практичне засвоєння методики встановлення густини речовини різними методами та уточнення концентрації розчину за визначеною густиною.

Теоретичні відомості

1. Визначення відсоткової концентрації розчину

Отримують склянку з розчином солі і записують її номер. Зважують на технічних терезах сухий чистий бюкс чи маленьку порцелянову чашку. Сухого піпеткою відбирають зі склянки 10 см^3 досліджуваного розчину.

Зважують бюкс з розчином і поміщають його в сушильну шафу при цьому знімають кришку бюкса та розміщають її поряд з бюксом у шафі, витримуючи до повного видалення води при 90 °С. Не допускають кипіння розчину, яке призводить до втрат речовини за рахунок розбризкування. Після видалення води збільшують температуру до 100 °С і висушують сіль ще 30 хв. Охолоджують бюкс до кімнатної температури і зважують його, закривши кришкою. Повторюють операцію висушування при 150 °С ще протягом 10 хв, знову охолоджують і зважують. Визначення можна вважати закінченим, якщо результати двох останніх зважувань будуть відрізнятися не більше ніж на 0,02 г.

На основі отриманих даних розраховують концентрацію досліджуваного розчину. Дані дослідів і результати записують за формою:

Об'єм мірної піпетки, см³ – ...

Маса бюкса, г – ...

Маса бюкса з розчином, г – ...

Маса розчину, г – ...

Маса бюкса з сухим залишком, г:

1-е зважування:

2-е зважування:

Маса залишку, г.

Концентрація досліджуваного розчину, % і моль /дм³

2. Визначення відсоткової концентрації розчину ареометричним методом

Поки в сушильній шафі йде випаровування води, ознайомтеся з правилами роботи із ареометрами, з'ясуйте ціну великої і малої поділок.

Густина розчину найбільш просто може бути визначена за допомогою ареометра. Цей прилад (рис. 5.1) представляє собою скляну трубку, нижня частина якої заповнена свинцевим дробом, ртуттю або іншою важкою

речовиною. У середині ареометра є шкала з поділками, що показують значення густини. У хімічних лабораторіях є набори ареометрів для вимірювання густини в різних інтервалах. У всіх випадках ареометр занурюється в рідину тим глибше, чим менше її густина. Тому поділка, що відповідає найбільшому для даного ареометра значенню густини, знаходиться в нижній частині шкали і, навпаки, поділка, що відповідає найменшому значенню густини, знаходиться у верхній частині шкали.

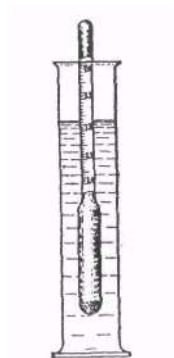


Рис. 5.1. Ареометр для визначення густини розчину.

Наливають приблизно 100 см^3 досліджуваного розчину в високий циліндр, в якому буде проводитися визначення густини, і сухим термометром вимірюють його температуру. Якщо температура виявиться нижче або вище $20\text{ }^\circ\text{C}$, поміщають циліндр у високу склянку з теплою чи холодною водопровідною водою і, помішуючи розчин скляною паличкою, доводять його до потрібної температури.

У циліндр з досліджуваним розчином обережно опускають ареометр, притримуючи його рукою, до вільного розміщення ареометра в розчині (якщо ареометр опускається на дно або виштовхується з розчину, його треба замінити на інший розрахований на наступний або попередній діапазон густин). Після того як ареометр зупиниться, проводять вимірювання. Стежать, щоб під час вимірювання ареометр не торкався стінок циліндра. Поділка, навпроти якої знаходиться верхній край меніска рідини, відповідає густині розчину. Під час вимірювання необхідно розмістити прилад таким

чином, щоб меніск перебував на рівні очей. За допомогою ареометра густина визначається з точністю $\pm 0,003$. Повторюють визначення ще 2 рази. Для цього, піднявши ареометр на 1-2 см, опускають його і знову знімають показання. Знаходять середнє арифметичне трьох вимірювань. Розчин виливають у склянку. Ареометр миють, обсушують фільтрувальним папером і кладуть в футляр. За знайденою густиною розчину визначають концентрацію.

Результати представляють у вигляді таблиці 5.1.

Таблиця 5.1. Результати експериментальних та довідникових даних

розчин	ρ (довідник), г/см ³	ρ (експерим), г/см ³				$\Delta\rho$
		1	2	3	середнє	
1						
2						
3						
4						

Зробити висновок та вказати уточнені концентрації запропонованих розчинів.

3. Визначення густини розчину пікнометричним методом

Густину рідкої та порошкоподібної речовини можна визначити за допомогою спеціального пристрою – пікнометра.

1. Попередньо вимитий та висушений пікнометр зважують на аналітичних терезах.

2. Розчин, густина якого визначається переносять у пікнометр, витримують 30 хвилин під вакуумом для дегазації. Після цього рівень досліджуваної рідини в пікнометрі доводять до мітки та зважують пікнометр.

3. Ретельно вимитий пікнометр заповнюють дистильованою водою, витримують 30 хвилин під вакуумом для дегазації. Після цього рівень дистильованої води в пікнометрі доводять до мітки та зважують пікнометр.

Густину розраховують за формулою:

$$\rho^t = \rho_B \cdot \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1},$$

де ρ_B - густина чистої води при температурі t ; m_1 - маса порожнього пікнометра; m_2 - маса пікнометра, заповненого чистою водою або іншою рідиною з відомою густиною до певної відмітки; m_3 - пікнометра, заповненого досліджуваною речовиною до тієї ж відмітки.

Завдання та питання самоконтролю

1. Наведіть методику визначення густини за допомогою ареометру.
2. Наведіть методику визначення густини пікнометричним методом.
3. В чому полягають особливості визначення густини рідких речовин?
4. В чому полягають особливості визначення густини твердих речовин розчинних у воді?

Лабораторна робота 6. Приготування розчинів різної заданої концентрації

Мета роботи: практичне засвоєння навичок приготування розчинів заданої відсоткової концентрації з кристалогідратів та уточнення концентрації розчину ареометричним методом.

Теоретичні відомості

Концентрації розчинів виражають у вигляді: масової (кг/дм^3 ; г/см^3 ; г/дм^3); молярної (моль/м^3 ; моль/дм^3); моляльної (моль/кг розчинника) і молярної концентрації еквівалентів, яка раніше мала назву нормальна концентрація, або нормальність (моль-екв/дм^3).

Розчини незалежно від їх концентрації, варто готувати тільки на дистильованій воді або чистих розчинниках. В особливих випадках застосовують бідистилят, тобто двічі перегнану воду чи спеціально очищену дистильовану воду.

Перед приготуванням розчину, попередньо підбирають необхідний посуд, у якому будуть готувати і зберігати одержаний розчин. Як правило, ємність посудини повинна бути ненабагато більше заданого об'єму розчину, що готується.

Посуд варто попередньо добре вимити. Як під час приготування розчинів, так і при їхньому збереженні, посуд необхідно обов'язково закривати заздалегідь підібраними пробками.

Кожна склянка чи будь-який посуд з готовим розчином заданої концентрації повинні мати етикетку або напис із назвою речовини, що міститься в розчині, його концентрації, дати його приготування і дати останньої перевірки концентрації розчину, підпису лаборанта або дослідника.

Для приготування розчинів варто застосовувати, за можливістю, чисті речовини. Приготовлені розчини обов'язково перевіряють на вміст тієї речовини, що розчиняли і, якщо, необхідно, корегують склад, додаючи необхідну кількість речовини чи води.

Хід виконання роботи

1. Приготування розчину заданої відсоткової концентрації з кристалогідратів

1. Отримати у викладача реактив.
2. Розрахувати наважку, необхідну для приготування розчину заданої концентрації.
3. Зважити наважку на технічних терезах.
4. Розчинити наважку в порцеляновому стакані перемішуючи вміст скляною паличкою.
5. Перелити приготований розчин до заздалегідь підготованої склянки.
6. Підписати склянку з розчином, вказавши розчинену речовину, її концентрацію, дату приготування, своє прізвище та номер групи.

В отриманому розчині за допомогою ареометра виміряти відносну густину приготованого розчину. Для встановлення розбіжності знайденої величини густини та за довідковими даними знаходять відносну похибку експерименту:

$$\delta = \frac{\rho^{\text{теор}} - \rho^{\text{практ}}}{\rho^{\text{теор}}} \cdot 100\%,$$

де $\rho^{\text{теор}}$ – густина розчину за довідниковими даними, г/см³;

$\rho^{\text{практ}}$ – густина розчину, визначена практично, г/см³.

Приклад завдання:

Приготувати 100 см³ розчину MgSO₄ концентрацією 5 % мас, якщо вихідна речовина MgSO₄·7H₂O.

Дано:

$$V(\text{MgSO}_4) = 100 \text{ см}^3,$$

$$C(\text{MgSO}_4) = 0,05,$$

$$\rho(\text{MgSO}_4) = 1,050 \text{ г/см}^3.$$

Знайти:

$$m(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = ?$$

$$V(\text{H}_2\text{O}) = ?$$

Розв'язання:

$$m(\text{розчину } \text{MgSO}_4) = V(\text{MgSO}_4) \cdot \rho(\text{MgSO}_4) = 100 \cdot 1,050 = 105 \text{ г};$$

$$m(\text{MgSO}_4) = m(\text{розчину } \text{MgSO}_4) \cdot C(\text{MgSO}_4) = 5,25 \text{ г};$$

$$M(\text{MgSO}_4) = 152 \text{ г/моль};$$

$$M(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 278 \text{ г/моль};$$

$$m(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{MgSO}_4) \cdot M(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})}{M(\text{MgSO}_4)} = 9,6 \text{ г};$$

$$m(\text{H}_2\text{O}) = m(\text{розчину } \text{MgSO}_4) - m(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 95,4 \text{ г};$$

$$V(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{H}_2\text{O})}{\rho(\text{H}_2\text{O})} = 95,4 \text{ см}^3.$$

$$\text{Відповідь: } m(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 9,6 \text{ г};$$

$$V(\text{H}_2\text{O}) = 95,4 \text{ см}^3.$$

2. Приготування розчину лугу заданої концентрації з порошкоподібної речовини

Приготувати 100 см³ розчину лугу концентрацією 5 %, якщо вихідна речовина: NaOH, KOH...

Розрахувати наважку сухого лугу і об'єм води для приготування розчину.

Розрахунки проводять аналогічно пункту 1.

Речовину зважують на технічних терезах, переносять в хімічний стакан і розчиняють в розрахованій кількості води.

Виміряти за допомогою ареометра відносну густину виданого викладачем розчину, за довідниковими даними знайти масову частку речовини в розчині і обчислити молярну, нормальну концентрації і титр розчину.

Інтерполяція – визначення проміжного значення змінної величини за двома крайніми значеннями. Оскільки, залежність густини розчину від концентрації має лінійний характер, концентрацію заданого розчину знаходять за наступною формулою:

$$C_x = C_1 + (C_2 - C_1) \frac{\rho_x - \rho_1}{\rho_2 - \rho_1},$$

де ρ_x , ρ_1 , ρ_2 – визначена та найближчі довідникові значення густини розчину, г/см³;

C_x , C_1 , C_2 – визначувана та найближчі довідникові значення концентрацій розчинів, що відповідають значенням густини, %мас.

3. Приготування розчину лугу та кислоти заданої концентрації з концентрованих розчинів

1. Розрахувати об'єм кислоти (лугу), необхідний для приготування розчину заданої концентрації.

2. Відміряти піпеткою з пробовідбірником необхідну кількість лугу (кислоти) і перенести розчин до заздалегідь підготованої мірної колби.

3. Довести вміст колби до мітки, закрити пробкою і ретельно перемішати розчин, обережно і повільно перевертаючи колбу догори дном і знову повертаючи її в колишнє положення (так роблять 30÷35 разів). Для перемішування розчину колбу тримають за горло великим і середнім пальцями правої руки, а вказівним пальцем цієї ж руки притискають пробку, якщо виникають труднощі, можна примати пробку та горло долонею правої руки. Лівою рукою підтримують колбу за дно.

4. Підписати склянку з розчином, вказавши розчинену речовину, її концентрацію, дату приготування, своє прізвище та номер групи.

4. Фіксанали та робота з ними. Приготування розчинів точної концентрації

Для приготування розчину точної концентрації, наприклад, 0,1 нормального (моль-еквівалентного) розчину без коригувального коефіцієнта необхідно вміст ампули кількісно перенести в мірну колбу об'ємом 1 дм³ додати в колбу невелику кількість дистильованої води для розчинення вмісту

ампули, а далі вміст колби довести дистильованою водою до мітки.

Методика перенесення стандарт-титру в колбу

Перед використанням стандарт-титру необхідно зняти етикетку з ампули і промити зовнішню частину дистильованою водою.

В мірну колбу ємністю 1000 см³ вставляють звичайну лійку діаметром 9...10 см. Потім у лійку вставляють бойок з потовщенням .

При перенесенні вмісту титру в колбу ампула повертається дном донизу і злегка вдаряється об гострі кінці бойка, потім, не перевертаючи ампули, іншим бойком пробивається верхнє (або бокове) заглиблення ампули і вміст ампули виливають (висипають) повністю в колбу. Промивають ампулу зсередини дистильованою водою в кількості в шість разів більшій об'єму ампули спочатку у вихідному положенні, а потім її обережно перевертають і промивають з іншого кінця. Після розчинення вмісту ампули об'єм рідини доводять до мітки і ретельно перемішують розчин і переливають у склянку.

Склянку з розчином підписують, вказавши розчинену речовину, її концентрацію, дату приготування, своє прізвище та номер групи.

Завдання та питання самоконтролю

1. Назвіть види концентрацій розчинів та області їх застосування.
2. Як впливає точність зважування на концентрацію готових розчинів?
3. Особливості приготування розчинів з фіксаналів.
4. Які типи води присутні у кристалогідраті?
5. Особливості роботи з концентрованими розчинами кислот та лугів.

Лабораторна робота 7. Відбір і приготування проб сипучих матеріалів

Мета роботи: придбання навичок відбору первинних проб і приготування проб твердих матеріалів. Розділення твердо фазної речовини за фракційним складом.

Теоретичні відомості

Відбір і приготування проб

Пробою називають невелику кількість речовини, відібрану за визначеними правилами, що відповідає середньому хімічному складу всього досліджуваного матеріалу.

Проба, відібрана не за правилами, не відображає середній склад сировини, напівпродукту або цільового продукту, і може бути причиною порушення технологічного процесу, перевитрати сировини і навіть причиною аварії.

Відбір проб газів

Відбір проби газів із труб великого діаметра здійснюють у трьох місцях, розташованих на перетині труби у верхньому, центральному положенні і на рівні $1/10$ висоти апарата або діаметра труби. Відбір проби газу здійснюється через пробовідбірні трубки, встановлені в стаціонарному апараті або трубопроводі. Для відбору проби газу застосовуються найчастіше скляні газові піпетки ємністю 250-500 см³. При надлишковому тиску в трубопроводі або апараті газову піпетку приєднують до пробовідбірної трубки за допомогою редукційного вентиля і гумової трубки і продувають 5-6 кратним об'ємом аналізованого газу. При тиску в апараті або трубопроводі, близькому до атмосферного, а також при розрідженні використовують для відбору проб газу евакуйовані колби ємністю 1-1,5 дм³. За допомогою

вакуум-насоса з круглодонної колби евакуюють повітря до визначеного залишкового тиску, що вимірюють вакуумметром. Колбу зважують, приєднують до пробовідбірної крана і після відбору проби знову заміряють залишковий тиск, колбу знову зважують і визначають масу взятої проби газу.

Відбір проб рідин

При збереженні рідини в спеціальних резервуарах відбір середньої проби здійснюють не з кожної ємності, а з 10-25 % від загального числа ємностей. Відбір проб проводять за допомогою чистих і сухих скляних піпеток, що занурюють в рідину на глибину 100-200 мм, потім верхній кінець піпетки герметизується пальцем руки і проби переносять у спеціальний збірник. Перед відбором проби рідина ретельно перемішується.

Відбір проб з великих резервуарів

Для однорідної рідини для одержання середньої проби зачерпують потрібну кількість рідини в будь-якому місці резервуара. При наявності в рідині осаду, а також середньої проби шламів, пульп, смол і інших напіврідких матеріалів, з 5-6 окремих проб, узятих на різних рівнях висоти резервуару за допомогою спеціальних пробовідбірників, що відкриваються оператором після занурення їх на задану глибину.

Відбір проб безупинно поточних рідин

Відбір проб безупинно поточних рідин здійснюють за допомогою пробовідбірних кранів, розміщених у нижній частині горизонтальної труби. Такий кран з'єднаний усередині з декількома трубками різної висоти, спрямованими устями проти потоку рідини. Відбір проб рідин на підприємстві здійснюють відповідно до діючих стандартів.

Відбір проби твердих матеріалів

Відбір проби твердих матеріалів значно утруднено через різний розмір твердих частинок. Розрізняють первинну, лабораторну й аналітичну проби. Для первинної проби відбирають велику масу (до 100 кг) речовини за спеціальними схемами. Наприклад, для відбору проб з вагонів поверхню матеріалу розрівнюють, на ній відмічають місця відбору проби відповідно до схеми, а потім у цих місцях на глибині відбирають 1,5-2 кг речовини різного розміру. Відібрані проби поєднують, ретельно перемішують і методом квартування скорочують до маси, що залежить від розміру матеріалу, табл. 7.1.

Таблиця 7.1. Найменша маса проби в залежності від розмірів матеріалу

Найбільший розмір, мм	25	13	3
Найменша маса проби після скорочення, кг	60	15	3,75

Пробу після скорочення подрібнюють до розміру приблизно 3 мм на лабораторній щоківій дробарці і валках. Подрібнену пробу скорочують приблизно до 2 кг методом квартування. Упаковують скорочену пробу в 2 банки. Напис на банках повинен включати: найменування проби, дату відбору проби, найменування постачальника і споживача, номер партії постачання. Одна банка з пробою відправляється в лабораторію, інша – зберігається впродовж 3-6 місяців на випадок арбітражу.

Відбір проб металів здійснюють висвердлюванням у різних місцях і на різній глибині монолітного куска.

2. Ситовий аналіз

Ступінь подрібнення багатьох сипучих порошкоподібних матеріалів є однією з найважливіших характеристик, що визначає їх технологічні якості і області практичного використання. Гранулометричний (дисперсний, фракційний, зерновий) склад найповніше характеризують ступінь подрібнення. Ситовий аналіз – один з методів визначення гранулометричного

складу порошків і сипучих матеріалів – здійснюється шляхом механічного розділення матеріалу на фракції з частинками певного розміру. У ситовому аналізі використовують стандартні нормовані тканні, дротяні і шовкові сітки з квадратними отворами (осередками). А так само металеві решітні сітки з довгастими і трикутними отворами. Ситовий аналіз застосовується для матеріалів з розмірами частинок 10-0,04 мм, що відповідає шкалі сит за ГОСТ 3584-73.

Розсіювання крупніших продуктів на ситах з великими розмірами отворів (грохотах) називається грохоченням.

У ситовому аналізі подрібнений матеріал в сухому вигляді або у вигляді суспензії у відповідній рідині завантажується на сито з отворами відомого розміру і шляхом струшування, постукування, вібрації або іншими способами розділяється на дві частини: залишок R і прохід D. Залишок R часто позначають знаком «+», а прохід D знаком «-».

Днища сит, що використовуються для ситового аналізу, є сітки з нормованими лінійними розмірами отворів. Номер тканної дротяної сітки відповідає розміру (у міліметрах) сторони осередку в просвіті, причому якщо цей розмір менше 1 мм, то в позначенні номера сита опускається кома перед десятими частками міліметра. Нижня межа розмірів отворів дротяних тканних сит знаходиться близько 0,04 мм. Дуже тонкі сита можуть бути використані тільки для аналізу дрібних порошків, що добре просіваються.

Шовкові сітки залежно від товщини ниток основи і качка, розрізняють за масою полегшені і такі, що обважнені (ГОСТ 4403-77). Номер сита з полегшеною тканиною визначається числом отворів на 1 погонний сантиметр за основою і витчем. Номер сита з тканиною, що обважнена, визначають числом отворів на 10 погонних сантиметрів за основою.

Номер металевих пробивних сит з круглими отворами, використовуваних для розсівання крупноподрібнених матеріалів, відповідає діаметру отворів в міліметрах, помноженому на 10 (ГОСТ 21-77).

Випускаються сітки дротяні тканні з квадратними отворами нормальної точності (ГОСТ 6613-73), контрольні і високої точності (ГОСТ 3584-83) з розміром сторони осередку від 0,04 до 2,5 мм. Контрольні сітки призначені для контролю різних матеріалів за розміром частинок при дробленні, сітки високої точності – для розділення за розміром зерен роздріблених матеріалів.

У деяких країнах практикується нумерація нормованих тканих сит за числом отворів на 1 погонний дюйм (25,4 мм).

Ситова тканина натягається на круглу або квадратну обичайку. Кругле сито має звичайно діаметр 20 см і висота борту 5 см. Квадратні сита мають розміри 22×22 см і висоту борту 9, при сухому розсіванні сито щільно насаджується на піддон, що уловлює матеріал проходу; висота піддону звичайно дорівнює 3,5 см. Зверху сита щільно закриваються кришкою, за винятком тих випадків, коли просіювання проводиться за допомогою пензлика або мокрим способом. Піддон при мокрому просіюванні використовується лише в тих випадках, в яких потрібно визначити прохід через сито.

Сита, що входять в набір, щільно вставляються одне в інше, утворюючи набір сит з розмірами осередків, що зменшуються зверху донизу.

Методи визначення гранулометричного складу різних матеріалів регламентуються стандартами і технічними умовами. Відповідно до цього випускаються спеціальні набори сит для ситового аналізу окремих видів матеріалів (зерна, насіння сільськогосподарських культур, добрив, ґрунту, формувальних матеріалів, цементу і ін.). До комплекту фармакопейних сит включаються сита шовкові прямокутні (ГОСТ 4403-77) з розмірами осередків від 0,1 до 0,315 мм, сита дротяної квадратної форми з розміром отворів 0,500 мм (ГОСТ 3524-47) і сита металеві з пробивними отворами круглої форми та розмірами отворів від 1 до 10 мм.

Просіваючи досліджуваний матеріал через набір нормованих сит, що розрізняються величиною отворів, можна розділити пробу на декілька фракцій, розміри частинок яких обмежені розмірами отворів сит, що

використовуються для аналізу. Число фракцій, що отримується при просіюванні через набір n послідовних сит, складає $n + 1$.

Результати ситового аналізу записують у формі таблиць, сумарних кривих або діаграм.

Ручний спосіб розсіювання на фракції твердого сипучого матеріалу **Сухий спосіб.**

При ручному сухому просіюванні на круглих ситах сито з піддоном і кришкою беруть однією рукою, нахиливши полотно до горизонтальної площини на $10-20^\circ$, і вдаряють іншою рукою близько 4 разів на хвилину. При тонких ситах і матеріалі, що важко просівається, рекомендується через кожні 5 хв нижню поверхню сита очищувати м'яким пензликом і частинки, що просипаються приєднувати до проходу.

Квадратне сито беруть в обидві руки, тримаючи великі пальці зверху, і нахиливши полотно до горизонтальної площини на $10-20^\circ$, час від часу ударяють сита об долоню правої і лівої руки.

Тривалість ручного сухого просіювання залежить від густини, розмірів і форми частинок, від об'єму матеріалу, що просівається, інтенсивності процесу, розмірів отворів сита, площі закупорених отворів сит і вологості повітря. У разі тонких сит (004-006) час просіювання складає 60–120 хв.

При дисперсійному аналізі дуже тонких порошків з частинками, схильними до злипання, сита можуть забиватися, що супроводжується значним зменшенням площі сита. Щоб усунути агрегацію частинок, разом з пробою в сита поміщають латунні штифти довжиною 1 см (близько 30 г на кожне сито) або просіювання проводять пензликом. Для цього сита встановлюють горизонтально на піддоні і, тримаючи під гострим кутом до полотна м'який волосяний пензлик, проводять ним по поверхні матеріалу, що просівається.

Сухий ручний просів може вважатися закінченим, якщо при повторному струшуванні протягом 2 хв маса залишку на ситі зменшується не більше ніж

на 0,2 %. Залишок висипають в чистий попередньо зважений приймач або на глянцева папір, сито очищають з обох боків м'якою волосяною щіткою і легким ударом по обичайці видаляють застряглі в осередках сітки частинки, які приєднують до залишку. Після закінчення розсіювання кожен фракцію зважують; звичайно вимагається, щоб сумарна маса всіх фракцій складала не меншого 98 % від маси взятої наважки. При більшій точності вимірювання фракційного складу втрати при виконанні ситового аналізу рекомендується рознести по всіх аналізованих фракціях пропорційно їх масам. При розсіюванні для достовірності результатів виконують 2 паралельних аналізи, при цьому маси відповідних фракцій не повинні розрізнятися більш ніж на 1 % від маси всієї наважки.

Після закінчення струшування сито знімають по черзі одне за іншим, після чого кожне сито повторно струшують окремо над приймачем або листом гладкого паперу. Просіювання вважається закінченим, якщо кількість матеріалу, що проходить крізь сито при повторному додатковому струшуванні протягом 1 хв, складає менше 1 % матеріалу, що залишився на ситі. Відсів (прохід) додають на верхнє сито комплексу сит, що залишився.

Мокрий спосіб. Для визначення гранулометричного складу матеріалів, які можуть набувати високих електричних зарядів, схильних до агрегації при струшуванні або що містять велику кількість найдрібніших фракцій, застосовується мокрий спосіб ситового аналізу. Для цього використовують рідину, що добре змочує частинки матеріалу, які просіваються, і не розчиняється в ньому (вода, гас та інші).

У аналізовану пробу, маса якої приблизно така ж, що і при сухому методі розсіюванні, вводять мінімальні кількості промивної рідини і ретельно перетирають до утворення густої пасту. Розбавлену промивною рідиною пасту переносять на найгрубіше сито комплексу, і потім слабким струменем рідини вона промивається через сито з отворами, що послідовно зменшуються, до тих пір, поки злив не стане прозорим. Рідину для промивання треба подавати на сито обережно і рівномірно. Після промивки

сита із залишками матеріалу просушують при 105-110 °С, а залишки зважують.

Механічне розсіювання

Механічне розсіювання здійснюють за допомогою приладів, що створюють обертальний і коливальний рух сит в горизонтальній площині, вібрацію і постукування сит.

Механічне розсіювання може виконуватись як при сухому, так і при мокрому методі ситового аналізу. Останнім часом широко розповсюджений метод пневматичного просіювання. При використанні приладів пневматичного і механічного просіювання останнє виконують відповідно до інструкції, що додається до приладу.

Механічне розсіювання вимагає значно менше часу, ніж ручне, менше матеріалу і виключає індивідуальні помилки. Проте при аналізі дрібнодисперсних матеріалів на тонких ситах розсіювання ускладнюється через відсутність в пробі грубих частинок. У таких випадках рекомендують порівнювати результати механічного і ручного розсіювання.

При механічному розсіюванні набором сит час просіювання повинен бути встановлений експериментально для окремих сит. Наприклад, час просіювання матеріалу, що добре просівається, при розмірі отворів сит 0,04-0,053 мм складає 20-30 хв, а при 0,071-0,16 мм – всього 10-20 хв.

Ситові механічні аналізатори випускаються різних конструкцій і призначень.

Хід виконання роботи

Відбір проби за допомогою квартування

Середню пробу від 1 до 3,5 кг вміщують на лоток для квартування у виді кільця діаметром 30÷50 см, совком збирають пробу в центрі лотка у вигляді конуса, дерев'яною або пластиковою дощечкою з загостреним краєм розвертають конус матеріалу в диск товщиною приблизно 2 см. Взаємоперпендикулярно диск проби поділяють на 4 сектори і 2 протилежні сектори збирають у банку для проби. Сектори, що залишилися, збирають знову у вигляді конуса в центрі лотка, розвертають у диск і знову квартують. Квартування продовжують доти, поки вихідна проба не скоротиться до 150-200 г, цю пробу переносять у порцелянову ступку і ретельно розтирають у порошок.

Хід виконання ситового аналізу

Ситовий аналіз можна проводити ручним і механічним (машинним) способами. Залежно від властивостей досліджуваного матеріалу застосовуються сухий або мокрий методи аналізу.

При машинному просіюванні наважка аналізованої проби поміщається на сито з найбільшими отворами у використовуваному наборі стандартних сит. Прохід з цього сита падає на наступне, з меншими розмірами осередків сито. Така послідовність дозволяє сита всього набору поставити одне на інше і розділити пробу за розмірами частинок на фракції (класи) за одну робочу операцію.

При ручному просіюванні пробу найчастіше поміщають на найбільш тонке сито, а отриманий залишок переносять на наступне за величиною осередків сито. Доцільність такої послідовності полягає в тому, що крупніші частинки матеріалу сприяють процесу ручного просіювання на найбільш тонких ситах.

Аналізована проба подрібненого матеріалу при сухому розсіюванні повинна бути сухою. Попереднє висушування проби до постійної маси проводять при 105-110 °С.

Експериментально знайдено, що коли досліджуваний матеріал недостатньо просушений, дані ситового аналізу малонадійні. Розмір наважки аналізованого матеріалу, що поміщається на сито, залежить від площі сита, яку не слід перенавантажувати. Зважування проби, залишку і проходу проводять на технічних терезах з точністю до 0,01 г.

Обробка результатів ситового аналізу

Враховуючи, що втрати при виконанні аналізу не повинні перевищувати 2 % від загальної маси наважки проби, можна при обробці отриманих результатів прийняти сумарні маси всіх фракцій за 100 %.

Вміст залишку W_i на кожному ситі обчислюють за формулою:

$$W_i = \frac{m_i \cdot 100}{\sum m},$$

де m_i - маса залишку на даному ситі, г; $\sum m$ - сумарна маса залишків всіх фракцій після розсіювання, г.

Сумарний залишок W_i для кожного сита розраховують, додаючи до залишку на даному ситі сумарний вміст залишків, отриманих для всіх попередніх сит з великими отворами. За даними таблиці будують графік залежності затриманого на кожному ситі сумарного вмісту речовини від розміру отворів сита, відкладаючи на осі ординат розмір осередку сита в мм, а на осі абсцис - сумарну масу аналізованої речовини і проводячи пряму через крапки, які відповідають найбільшим відсоткам. За побудованим графіком визначають отвір сит в мм, що затримують певний сумарний відсоток речовини, наприклад 40 і 90 %. Розмір отвору сита, що затримує 90 % речовини є ефективним розміром зерна і позначається d_{90ef} . Відношення розміру осередку сита, що затримує 40 % речовини, до ефективного розміру d_{90ef} , називається коефіцієнтом однорідності K :

$$K = \frac{d_{40}}{d_{90ef}}.$$

Ефективний розмір зерна зазвичай визначають з похибкою не більше 4 %, а коефіцієнт однорідності з похибкою не більше 5 %.

Середній діаметр розраховується за формулою:

$$\langle d_{\phi} \rangle = \frac{d_{-} + d_{+}}{2}.$$

Масова частка кожної фракції розраховується за формулою:

$$W_{ef} = \frac{m_i}{\sum_{i=1}^n m_i} \cdot 100\%$$

Похибка досліду розраховується за формулою:

$$\delta = \frac{m_{вих} - \sum_{i=1}^n m_i}{m_{вих}},$$

де $m_{вих}$ – маса вихідної речовини взятої для аналізу.

Приклад оформлення результатів

Таблиця 7.2. Фракційний склад твердої речовини, яка аналізується

Сито	піддон	0,071	0,08	0,18	0,5	0,63	1,25
$d_{сита}$, мм		0,071	0,08	0,18	0,5	0,63	1,25
Фракція	$\leq 0,071$	-0,08 +0,071	-0,18 +0,08	-0,5 +0,18	-0,63 +0,5	-1,25 +0,63	$\geq 1,25$
Середній діаметр фракції $\langle d_{\phi} \rangle$, мм							
Маса фракції m_{ϕ} , г							
Масова частка фракції W_{ϕ} , %							

За результатами будують графік залежності: $W_{\phi} = f(\langle d_{\phi} \rangle)$.

Із графічної залежності (рис. 7.1) визначають середній діаметр фракції. Для наведених даних – він становить 0,6 мм.

Результати фракційного розподілу також можна представити у вигляді гістограмми (рис. 7.2), яка покращує наглядність фракційного аналізу.

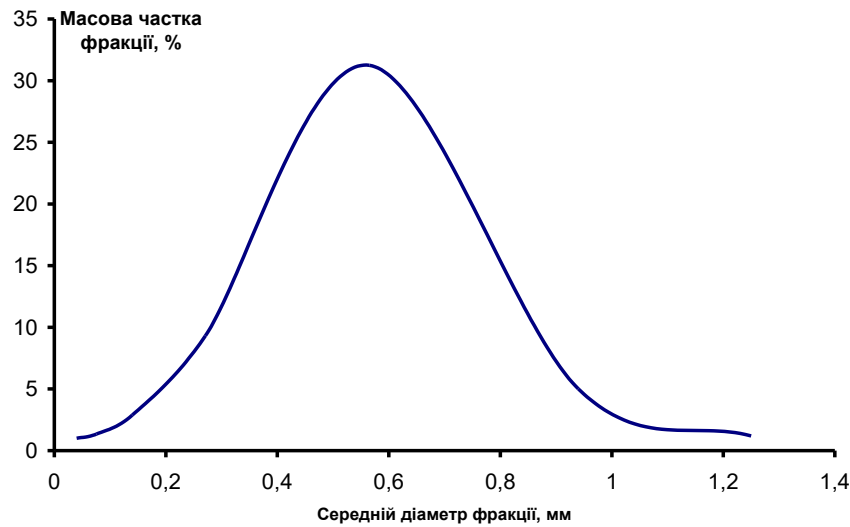


Рис. 7.1. Фракційний розподіл твердого речовини, що аналізується (графічна залежність)

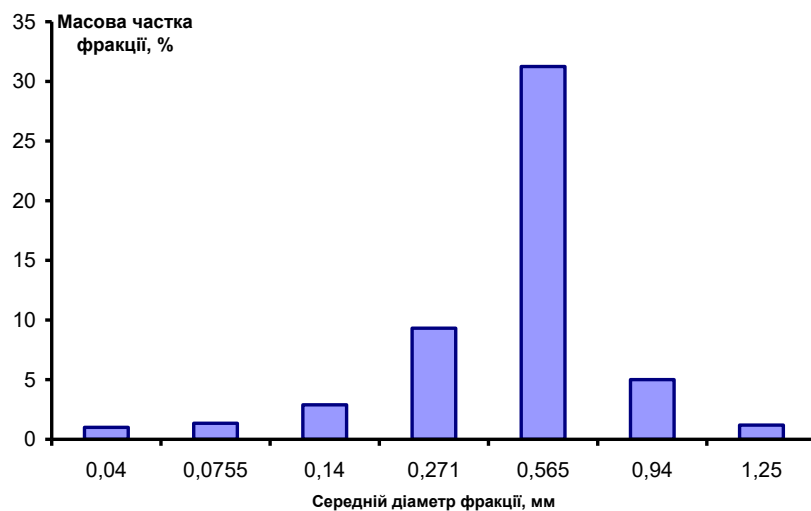


Рис. 7.2. Фракційний розподіл твердого речовини, що аналізується (гістограма)

Завдання та питання самоконтролю

1. Назвіть методи приготування середніх проб для речовин різного фазового стану.
2. Поясніть особливості методу квартування.
3. В чому особливість розсіювання речовини мокрим способом?
4. Що таке поняття «середній діаметр фракції»?

5. Як здійснюється відбір проби рідкого реактиву?
6. Як здійснюється відбір газоподібної проби?

Лабораторна робота 8. Вимірювання температури механічних сумішей. Фільтрування хімічних сумішей

8.1 Вимірювання температури механічних сумішей та її регулювання

Мета роботи: засвоєння навичок вимірювання температури та створення сольових сумішей для отримання низьких температур.

Теоретичні відомості

Температура не є конкретною фізичною величиною, а являє собою характеристику середньостатистичного значення кінетичної енергії часток реального тіла, яке перебуває в будь-якому агрегатному стані (твердому, рідкому, газоподібному і плазменному).

Температурні шкали. Прилад, який вимірює температуру, – термометр – як і будь-який показуючий прилад, повинен мати шкалу для відліку числових значень тієї фізичної величини, термометричні властивості якої закладені в метод вимірювання.

При побудові температурної шкали вибирають два реперних значення температури, інтервал між якими розбивають на рівні частини. Кожну із цих частин приймають за одиницю шкали і називають градусом. Таким чином, градус температури є не одиницею температури, а тільки мірою масштабу температурної шкали.

Найбільше поширення одержали дві температурні шкали: термодинамічна шкала Кельвіна і стоградусна шкала Цельсія. За абсолютний нуль термодинамічної температури прийнятий 273 К. У температурній шкалі Цельсія температура плавлення чистого льоду прийнята рівною 0 °С, а температура кипіння чистої води при тиску в 101325 Па (1 атм, 760 мм рт. ст.) прийнята рівною 100 °С.

Розмір градуса Кельвіна і градуса Цельсія однаковий: зміна температури на 1 К еквівалентна зміні температури на 1 °С.

Методи вимірювання температури. Оскільки власне температура не є конкретною фізичною величиною, для того, щоб її виміряти, температуру перетворюють в іншу вимірювану фізичну величину. Для цього використовують різні речовини, фізичні властивості яких залежать від температури. Існує два принципових методи вимірювання температури: контактний, коли термочутливий елемент перебуває в безпосередньому контакті з середовищем або тілом, температуру яких треба виміряти, і безконтактний, при якому не потрібно безпосереднього контакту середовища з об'єктом вимірювання температури.

Вимірювання температур проводять за допомогою рідинних, газових і парових термометрів, термопар, термісторів, пірометрів різних типів, керамічних піроскопів і кварцових резонаторів.

Правила роботи з термометрами

Термометри — достатньо чутливий інструмент вимірювання температури. При їх використанні потрібна обережність і дотримання правил, зазначених у прикладених до термометрів паспортах. Так, ртутні термометри мають термічну інертність, вони не відразу сприймають температуру вимірюваного середовища. Якщо температура середовища постійна, то доводиться вичікувати якийсь час, щоб вся ртуть у резервуарі термометра встигла прийняти температуру навколишнього простору.

Не можна нагрівати термометри вище максимального значення температури, зазначеної на шкалі. Це може призвести до руйнування капіляра або неточності показань термометра.

Найбільш часте ушкодження — розрив ртутного стовпчика, що може відбутися з ряду причин, але найчастіше через різке охолодження термометра, нагрітого перед цим до високої температури. Таке ушкодження вдається виправити, якщо обережно нагріти термометр до температури, при

якій стовпчики ртуті з'єднуються. Після цього термометр необхідно повільно охолодити.

Значним недоліком скляних термометрів є зміна показань з часом через старіння скла, у результаті якого відбувається зміна об'єму ртутного резервуара і капіляра, що призводить до зсуву нульової відмітки. Практично незсувну нульову відмітку мають тільки термометри, виготовлені із кварцового скла.

Хід виконання роботи

Студенти повинні ознайомитись з типами термометрів для вимірювання температури в лабораторії, з методикою вимірювання температури за допомогою найбільш поширеного типу термометрів – рідинних термометрів розширення, вивчити роботу контактного термометра, який слугує для вимірювання температури у середовищі рідини, якою заповнюють термостат.

Робота виконується з використанням або термостата, або охолоджуючої бані, заповненої спеціальною сумішшю. Ємність термостата заповнюється дистильованою водою, у відповідні тримачі встановлюються лабораторний термометр, очікують досягнення необхідної температури, після чого перевіряють точність встановлення температури в різних точках термостата, використовуючи зразковий термометр.

Вимірювання температур нижче 0 °C проводять у охолоджуючих банях, які представляють собою великі скляні чаші (кристалізатори), обгорнуті теплоізолюючим матеріалом, і заповнені будь-якою охолоджуючою сумішшю на зразок наведених в таблиці 8.1.

Суміш одержують, подрібнюючи лід на шматки розміром не більше 1–2 см, вміщують його у чашу та додають необхідну кількість солі при ретельному перемішуванні. Після цього проводять вимірювання температури за допомогою обраного термометра. Одержані результати подають у вигляді

таблиці 8.2, куди обов'язково вносять точні відомості про використаний термометр.

Таблиця 8.1. Охолоджуючі суміші з солі та льоду

Речовина	Початкова температура води або льоду, °C	Маса речовини, г/100 г H ₂ O	Температура охолоджуючої суміші, °C
Na ₂ CO ₃	–1 (лід)	20	–2,0
NH ₄ Cl	13,3	30	–5,1
CaCl ₂ ·6H ₂ O	–1 (лід)	41	–9,0
KCl	0 (лід)	30	–10,9
NH ₄ Cl	–1 (лід)	25	–15,4
NaCl	–1 (лід)	33	–21,3
CaCl ₂ ·6H ₂ O	0 (лід)	81	–21,5
H ₂ SO ₄ (66,2 %)	0 (лід)	23	–25
H ₂ SO ₄ (66,2 %)	0 (лід)	40	–30
H ₂ SO ₄ (66,2 %)	0 (лід)	91	–37
CaCl ₂ ·6H ₂ O	0 (лід)	123	–40,3
CaCl ₂ ·6H ₂ O	0 (лід)	143	–55

Таблиця 8.2 – Результати вимірювання температури (приклад)

Об'єкт вимірювання температури	Тип використаного термометру	Очікувана температура, °C	Дійсне значення температури, °C	Виправлення, °C
Суміш 100 г льоду та 33 г NaCl	Термометр трубчастий ТЛ-2, вик. 2, ГОСТ 19875-78	–21,3	–19,6	–0,061

Завдання

Використовуючи певну кількість льоду, приготувати охолоджуючу суміш із заданою температурою. Визначити температуру одержаної суміші.

8.2 Визначення вологості та розділення механічних сумішей фільтруванням

Мета роботи: засвоїти основні навички визначення вологості речовини та її типу та підбору фільтруючого матеріалу в залежності від типу і дисперсності речовини.

Теоретичні відомості

Волога речовини складається з вологи зовнішньої і вологи аналітичної. *Зовнішня волога* це тонка плівка води, що покриває частки речовини і видаляється підсушуванням до постійної маси.

Зовнішню вологу визначають висушуванням наважки речовини до постійної маси в кімнатних умовах чи у сушильній шафі при температурі 50 °С. Для точних визначень пробу висушують у стандартних умовах (20 °С і відносна вологість 65 %).

Аналітична волога складається в основному з адсорбційної вологи (гігроскопічної вологи). Аналітичну вологу визначають висушуванням наважки повітряно-сухої, і так званої *аналітичної проби* (тобто після видалення зовнішньої вологи), до постійної маси в сушильній шафі при температурі 105 – 110 °С зазвичай для більшості речовин.

Загальну вологу розраховують за сумою зовнішньої і аналітичної вологи.

Хід виконання роботи

8.2.1 Визначення вмісту вологи висушуванням у сушильній шафі

Метод полягає у висушуванні наважки речовини в сушильній шафі до постійної маси і визначення втрати маси.

Визначення зовнішньої вологи

Зважену з точністю до 0,1 г наважку речовини у широких бюксах або на залізному противні (товщина шару близько 1 см) розміщують у сушильній шафі, нагріту до 50 °С.

Проби речовини висушують протягом 2 год. Під час сушіння пробу 3 – 4 рази перемішують склянкою паличкою для рівномірного висушування наважки. Сушіння твердої речовини продовжують доти, поки різниця двох послідовних зважувань буде не більш 1 г.

Результати експерименту:

Тиск Р, мм рт.ст.

Температура Т, °С

Вага бюкса m , г

Вага бюкса з речовиною m_1 , г

Знаходимо масу речовини, г

$$m(\text{речовини})_i = m_i(\text{бюкса} + \text{речовина}) - m(\text{бюкса})$$

Маса речовини m_{p1} , г

Вага бюкса з речовиною m_2 , г

Маса речовини m_{p2} , г

Вага бюкса з речовиною m_3 , г

Маса речовини m_{p3} , г

Розрахунок. Вміст зовнішньої вологи ($W_{\text{зовн}}$) у відсотках обчислюють за формулою:

$$W_{\text{зовн}} = \frac{m_{p3}}{m_{p1}} \cdot 100 ,$$

де m_{p3} – втрата маси при висушуванні, г;

m_{p1} – маса наважки, г.

Визначення аналітичної вологи

Склянку з точною наважкою аналітичної проби речовини (2 г) розміщують у попередньо нагріту до 105 – 110 °С сушильну шафу і сушать при цій температурі 60 хв. Потім пробу виймають із шафи, охолоджують в ексикаторі і зважують.

Після зважування проводять контрольні висушування тривалістю 15 хв кожне, які повторюються доти, поки різниця в масі при двох послідовних зважуваннях буде менш 0,001 г.

При охолодженні в ексикаторі, бюкси в яких проводиться зважування, повинні бути закриті кришками.

Розрахунок. Вміст аналітичної вологи у відсотках (W^a) обчислюють за формулою:

$$W^a = \frac{m_{p3}}{m_{p1}} \cdot 100,$$

де m_{p3} – втрата маси при висушуванні, г;

m_{p1} – наважка речовини, г.

Визначення загального вмісту вологи

Загальну вологу розраховують як суму зовнішньої й аналітичної вологи:

$$W^p = W_{\text{зовн}} + W^a.$$

8.2.2 Особливості фільтрування осадів

Фільтрування - одна з найбільш застосовуваних в лабораторній практиці операцій по відділенню твердої фази від рідкої або газоподібної. Тверді частинки відокремлюються при фільтрації суспензії або аерозолі через пористу перегородку з розміром пор набагато меншим, чим розміри частинок. Ефективність фільтрування залежить від середовища, температури, тиску, розмірів пор фільтра і затримуваних їм частинок. Чим більше розмір частинок суспензії в порівнянні з розмірами пор фільтра, тим легше проходить процес фільтрування. В лабораторній практиці використовують різноманітні паперові фільтри, основні характеристики яких наведено в таблиці 8.3.

Найчастіше фільтрування проводять із використанням паперових фільтрів і гладких скляних ліжок з довгим вузьким кінцем. Для фільтрування

гарячих концентрованих розчинів застосовують лійки із широким укороченим кінцем, щоб уникнути забивання вузької трубки кристалами, що виділяються, при охолодженні фільтрату. Гладкий фільтр повинен щільно прилягати до стінок лійки, особливо у верхній частині. Куточок складки у верхній частині фільтра відрізають для більш щільного прилягання фільтра до лійки і усунення проскакування пухирців повітря уздовж по складці. Крім того, такий фільтр легше розкрити після фільтрації для висушування осаду.

Таблиця 8.3. Класифікація паперових фільтрів

Маркування фільтру	Марка паперу	Густина г/см ³	Швидкість фільтрування, с	Призначення
Червона стрічка	ФБ	75	26	відділення від розчинів аморфних та крупнокристалічних осадів
Біла стрічка	ФС	75	45	відділення від розчинів середньозернистих осадів
Синя стрічка	ФМ	85	100	відділення від розчинів дрібнокристалічних осадів
Зелена стрічка	ФОМ	85	150	відділення від розчинів дрібнозернистих осадів
Жовта стрічка	ФОВ	75	16	аналіз масло– і жиропродуктів
Чорна стрічка (зольна)	Ф	75	45	роботи не пов'язані з подальшим гравіметричним аналізом

Якщо між паперовим фільтром і стінкою лійки утворюються ще й інші прошарки повітря на зразок повітряної кишені, то фільтрування буде ускладнено. Тому при вкладанні конусоподібного гладкого фільтра в лійку його міцно притискають до лійки вказівним пальцем, змочують чистою водою і обережно придавлюють пальцями до лійки так, щоб не утворилися повітряні кишені. Потім фільтр заповнюють наполовину водою, піднімають і опускають у лійку, щоб вода заповнила трубку лійки.

Краї фільтра повинні бути на 5-10 мм нижче країв лійки, а осад не повинен заповнювати фільтр більш ніж на 1/3 його висоти, тому що тонкий шар осаду має здатність підніматися по стінках фільтра. При фільтруванні

лійку наповнюють суспензією тільки на $\frac{3}{4}$ об'єму фільтра, при цьому кінчик трубки її завжди повинен торкатись внутрішньої стінки посудини, у якій збирається фільтрат, щоб запобігти його розбризкуванню.

Для прискорення фільтрації, коли для наступних операцій потрібний фільтрат, а не осад, застосовують складчасті фільтри. Їх готують, поперемінно відгинаючи складки круглого фільтра то в одну, то в іншу сторону, стежачи за тим, щоб лінії згину не сходилися в одну крапку, інакше гострий край фільтра може легко прорватися. Після згинання весь фільтр розгортають у гармошку й вкладають у лійку.

Перед фільтруванням осаду дають відстоятися, потім обережно, не зкаламучуючи осад, зливають рідину по паличці на фільтр. Виливати рідину на фільтр треба порціями, інакше вона може легко прорвати фільтрувальний папір.

Коли потрібно відфільтрувати дуже дрібнозернисті осади, то після осадження їм дають постояти протягом доби для "дозрівання". При стоянні дрібні кристалики розчиняються, а більші збільшуються, відбувається мимовільна перекристалізація речовини. Отриманий у такий спосіб більш грубозернистий осад уже не забиває пори фільтрувального паперу і не знижує швидкість фільтрації.

Фільтрування при зниженому тиску здійснюють за допомогою різних пристроїв з порцеляни і скла. Порцелянові лійки Бюхнера і Гірша мають перфоровану порцелянову перегородку, на яку укладають кружок фільтрувального паперу (у більших лійках Бюхнера - подвійний шар фільтрів). Покладені на перфоровану перегородку кружки фільтрувального паперу не повинніходити на стінки лійки, їх розташовують від останніх приблизно на 1 мм. Кружки змочують чистою водою, після чого вони щільно прилягають до перегородки з отворами. При необхідності краї фільтра притискають полімерним циліндриком або скляною паличкою до перегородки. Потім лійки з колбою Бунзена приєднують до водострумного насоса за допомогою гумового шланга, трохи відкривають його і

переконаються у відсутності під паперовим фільтром повітряних пухирців. Тільки після такої перевірки, не виключаючи водострумного насоса, у центральну частину фільтра наливають по скляній паличці суспензію, рівномірно розподіляючи її по всій площі фільтра. Якщо осад пухкий, то його злегка ущільнюють скляною паличкою із плоскою лопаточкою. Фільтрування припиняють, коли в колбу Бунзена перестає надходити з осаду на фільтрі рідина (фільтрат). Спочатку від'єднують від водострумного насоса колбу Бунзена, знявши з її тубуса гумовий шланг або закривши кран, що розташований на шлангу, а потім виключають насос. Колбу Бунзена приєднують до водострумного насоса тільки через запобіжну склянку.

Якщо при фільтруванні тонкої суспензії утвориться мутний фільтрат, то його ще раз пропускають через той же фільтр, що дозволяє очистити фільтрат і сильніше ущільнити осад на фільтрі. Іноді цю операцію повторюють 2-3 рази, поки фільтрат не стане прозорим.

Рівень рідини в колбі Бунзена під час фільтрування не повинен підніматися вище бічного патрубка.

Недоліком лійок Бюхнера є їх непрозорість, тому що їх виготовляють із порцеляни. Непрозорість ускладнює контроль за процесом фільтрування і чистотою поверхні лійок при їхньому митті. Тому деякі фірми роблять скляні лійки Бюхнера. Отвори в таких лійках часто мають щілиноподібну форму.

Якщо після фільтрування осад потрібно перед зважуванням висушити при температурі 130-150 °C і навіть злегка прожарити до 300-400 °C, то застосовують порцелянові тиглі Гуча, які мають порцелянове дно з отворами і з такими ж отворами порцелянову вставну круглу пластинку. Фільтруючим матеріалом для тиглів Гуча є азбестове волокно або кварцова вата.

Скляні фільтри - це проточні посудини і трубки із вплавленими пластинками з пористого скла з різним розміром пор. Вони можуть мати форму тиглів, звичайних лійок, лійок зі шліфом, лійок для звичайних колб зі стандартним шліфом, різних трубок. Скляні фільтри застосовують тільки для фільтрування під вакуумом.

Після роботи скляні фільтри очищають, пропускаючи через пористу пластинку потік чистої води в напрямку, зворотному фільтруванню. Якщо пори фільтра після такої операції залишаються забитими частками осаду, їх видаляють за допомогою реагентів, що перетворюють частки в розчинні сполуки. Наприклад, оксиди і гідроксиди р- і d-елементів видаляють із пор фільтра нагрітою розведеною хлороводною кислотою, галогеніди срібла - водним розчином аміаку або тіосульфату натрію, органічні речовини - хромовою сумішшю.

При фільтруванні під вакуумом всі посудини для збору фільтрату треба обертати рушником або міцною полімерною сіткою, з метою захисту дослідника від уламків скла, які можуть з'явитися при розриві посудин атмосферним тиском.

Фільтрування при нагріванні або фільтрування гарячих розчинів проводять переважно з використанням лійок із сорочками. Через сорочки пропускають теплоносії з певною температурою з термостата. Якщо потрібне нагрівання до 80-90 °С, то сорочку лійки приєднують до водяного парогенератора, причому пару вводять через верхній тубус сорочки.

Завдання

Провести фільтрування крупно- та дрібно- зернистих осадів на паперових фільтрах різного маркування та з використанням лійки Бюхнера під вакуумом. Замалювати конструкцію установки для фільтрування під вакуумом та пояснити особливості фільтрування у кожному випадку.

Завдання та питання самоконтролю

1. Назвіть типи термометрів та області їх застосування.
2. Особливості застосування контактних термометрів.
3. Як впливає температура на ефективність процесу?
4. Що таке термопара?

5. Поясніть, чому знижується температура при змішуванні льоду з сіллю.
6. Назвіть види вологості порошкоподібних реагентів.
7. Вкажіть особливості фільтрування під атмосферним тиском.
8. Які особливості фільтрування під вакуумом.
9. Наведіть класифікацію фільтрів за призначенням.

Лабораторна робота 9. Одержання металовмісних сполук та дослідження їх властивостей

9.1 Одержання комплексних сполук та дослідження їх властивостей

Мета роботи: отримати навички одержання комплексних сполук, практичне дослідження характеру взаємодії комплексних сполук з різними речовинами. Дослідження окисно-відновних процесів дії сильних окисників на забрудники у водному середовищі. Обґрунтування хімізму процесу окиснення і представлення його у вигляді реакцій.

Хід виконання

9.1.1 Одержання та дослідження комплексної сполуки сульфататетрааміну міді (II)

1. Помістити у дві пробірки по 2 см³ 1 моль-екв/дм³ розчину CuSO₄ і додати в одну 0,5 см³ BaCl₂, в іншу - шматочок гранульованого олова. У першому випадку випадає осад, у другому - спостерігається утворення червоного нальоту міді на поверхні олова.

Пояснити обидва досліди.

2. Синтезувати комплексну сполуку міді, для чого помістити в пробірку 4 см³ розчину CuSO₄ і по краплях додавати 25 %-вий розчин аміаку до утворення комплексного сульфату тетрааміну міді (II). Отриманий розчин розділити на дві пробірки і провести ті ж самі два досліди, які були виконані з розчином CuSO₄.

Пояснити результати, написати рівняння всіх проведених реакцій. Чи є відмінність в поведінці CuSO_4 і комплексної солі по відношенню до кожного доданого реактиву?

9.1.2 Окисно-відновні реакції з KMnO_4

1. Помістити в пробірку 5 см^3 $0,1$ моль-екв/ дм^3 розчину KMnO_4 і додати по краплях $0,5 \text{ см}^3$ 1 моль-екв/ дм^3 розчину NaOH , спостерігаємо зміну забарвлення розчину від рожевого через синій до зеленого.

2. Помістити у дві пробірки по 5 см^3 водопровідної та стічної води і в кожную додати 2 см^3 $0,1$ моль-екв/ дм^3 розчину KMnO_4 . У водопровідній воді розчин залишиться рожевим, а в стічній знебарвиться.

Пояснити результати, написати рівняння всіх проведених експериментів.

9.1.3 Окисно-відновні реакції з $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Помістити в пробірку 5 см^3 $0,25$ моль-екв/ дм^3 розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, додати $0,5 \text{ см}^3$ концентрованого розчину сульфатної кислоти H_2SO_4 і у вже підкислений розчин кинути кілька шматочків цинку. При цьому дихромат відновлюється і змінює колір на темно-зелений. Одночасно виділяється газ - водень. Якщо продукти реакції не окиснюються киснем повітря, то реакція перебігає далі, причому з'явиться блакитне забарвлення розчину CrSO_4 . Якщо цей розчин перелити в інший стакан, то відбудеться процес окиснення, і розчин знову стане зеленим.

9.1.4 Осадження з розчинів

Варіант 1

Помістити в пробірку 5 см^3 10 %-вого розчину $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ додати 5 см^3 10 %-вого розчину KI , підігріти, довести до кипіння вміст пробірки разом з осадом, щоб він розчинився, а потім швидко остудити під краном. У цьому випадку утворюються дрібні золоті кристалики, завислі у рідині.

Варіант 2

Змішати в пробірці 10 см³ 10 %-вого розчину Pb(NO₃)₂ і 10 см³ 10 %-вого розчину KI, утворюється осад йодиду свинцю. Акуратно злити з нього рідину. Окремо в колбі необхідно закип'ятити воду, підкислити її оцтовою кислотою і, поки вона кипить, додати ще вологий осад йодиду свинцю, збовтавши його. При повільному охолодженні рідини в ній виростуть золотисті кристали.

9.2 Одержання сполук хрому та мангану та дослідження їх властивостей

Мета роботи: практичне дослідження характеру взаємодії хрому та мангану з лугами та кислотами. Отримання гідроксидів металів та дослідження їх характеристик і деяких властивостей. Обґрунтування хімізму процесу і представлення його у вигляді реакцій.

Реактиви та обладнання: пробірки сухі – 12 шт, скляні палички, алюмінієва фольга, 0,1 н розчини H₂SO₄, HNO₃, HCl, NaOH, KMnO₄, Cr₂(SO₄)₃, K₂Cr₂O₇, K₂CrO₄, MnCl₂, 5% розчин KI, сірководнева вода, порошкоподібний Na₂SO₃.

Хід виконання

9.2.1 Отримання і властивості гідроксиду хрому (III)

В пробірку налити 3-5 см³ розчину сульфату хрому (III) і додати розчину гідроксиду натрію. Отриманий осад розлити у дві пробірки. В одну влити надлишок гідроксиду натрію, а в іншу - надлишок хлорводневої кислоти. Що відбувається з осадами?

9.2.2 Хромати і дихромати

Перехід хромату калію в дихромат

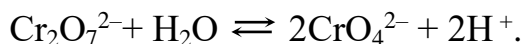
До розчину хромату калію K₂CrO₄ 3-4 см³ додати по краплях розчин сульфатної кислоти. Відмітити забарвлення вихідного та отриманого розчинів і вказати, які іони вносять зміну забарвлення

Схема процесу:

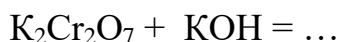


Перехід дихромату калію в хромат

До розчину дихромату калію $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 3-4 см³ додати по краплях розчин лугу до зміни забарвлення. У водних розчинах хромати і дихромати знаходяться в стані рівноваги, що виражається схемою:



Напишіть схему процесу перетворення дихромату в хромат:



Приклад висновку. У кислому середовищі хромат переходить в дихромат.

9.2.3 Окисні властивості дихромату калію $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Окиснення йодиду калію

До підкисленого сульфатною кислотою розчину дихромату калію (4-5 см³) додати розчин йодиду калію. Написати рівняння відповідної реакції. Відзначити зміну забарвлення. Скласти електронний баланс процесу.

9.2.4 Гідроксид мангану (II) та його властивості

У дві пробірки внести по 3-4 см³ розчину солі мангану (II) і по 2-3 см³ розчину лугу. Який колір отриманого осаду гідроксиду мангану (II)? Розмішати осад і відзначити його побуріння внаслідок окиснення мангану (II) до Mn (IV). У другу пробірку з осадом гідроксиду мангану додати 2-3 см³ розчину сульфатної кислоти. Що спостерігається? Які властивості характерні для гідроксиду мангану (II)?

Написати рівняння реакцій:

- а) отримання гідроксиду мангану (II);
- б) його окиснення киснем повітря в присутності води в $\text{Mn}(\text{OH})_2$;
- в) взаємодія гідроксиду мангану (II) з сульфатною кислотою. Написати рівняння реакцій в молекулярному вигляді.

Результати експериментальних даних та спостережень представити у вигляді таблиці 9.2.

Таблиця 9.2. Результати досліджень та спостережень

№ пробірки	Формула речовини	Взаємодія з лугом	Взаємодія з кислотою	Властивості сполуки, що утворюється
1	$\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$	NaOH		
2	$\text{Cr}(\text{OH})_3$	NaOH		
3	$\text{Cr}(\text{OH})_3$		HCl	
4	K_2CrO_4		H_2SO_4	
5	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	KOH		
6	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$		$\text{H}_2\text{S} + \text{H}_2\text{SO}_4$	
7	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$		$\text{KI} + \text{H}_2\text{SO}_4$	
8	MnCl_2	NaOH		
9	$\text{Mn}(\text{OH})_2$		H_2SO_4	
10	KMnO_4	$\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{SO}_3$		
11	KMnO_4		$\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{Na}_2\text{SO}_3$	
12	KMnO_4	Na_2SO_3		

9.2.5 Окисні властивості сполук мангану

У три пробірки внести 3-4 см³ розчину перманганату калію. В одну пробірку додати 2 см³ розчину сульфатної кислоти, в іншу - стільки ж води, в третю - 3-4 см³ лугу. У всі три пробірки додати по 1 мікрошпателю кристалічного сульфіту натрію. Відзначити різну зміну початкового забарвлення розчину перманганату в кожному випадку. Чим це викликано?

Вкажіть, в яких реальних хіміко-технологічних процесах використовуються сполуки хрому і мангану та їх специфічні властивості.

9.3 Взаємодія сполук феруму з різними реактивами

Мета роботи: практичне дослідження характеру взаємодії сполук феруму, нікелю та кобальту з лугами та кислотами. Отримання гідроксидів металів та дослідження їх характеристик і деяких властивостей. Обґрунтування хімізму процесу і представлення його у вигляді реакцій.

Реактиви та обладнання: пробірки сухі – 12 шт, скляні палички, алюмінієва фольга, 0,1 н розчини HCl, NaOH; 5 % розчини FeSO_4 , $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, FeCl_3 , KSCN, CoCl_2 , NiCl_2 , 3 % розчин H_2O_2 , бромна вода.

Хід виконання

9.3.1 Характерні реакції на іони Fe^{2+} і Fe^{3+}

Дія на солі феруму (II) гексаціаноферрату (III) калію

До 2-3 см³ розчину сульфату феруму (II) додати 1 краплю розчину гексаціаноферрата (III) калію (червоної кров'яної солі $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$). Відзначити колір утвореного осаду (турнбулева синь), вказати хімічну назву і формулу отриманої речовини. Дана реакція є характерною на іон Fe^{2+} .

Дія на солі феруму (III) гексаціаноферрата (II) калію.

Помістити в пробірку 2-3 см³ розчину хлориду феруму (III) і додати 1 краплю розчину гексаціаноферрата (II) калію (жовтої кров'яної солі $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$). Що спостерігається? Відмітити колір утвореного осаду (берлінська лазур), вказати хімічну назву і формулу отриманої речовини.

Дія на солі феруму (III) роданіда амонію (калію).

Помістити в пробірку 5-6 см³ розчину хлориду феруму (III) і додати 1 краплю розчину роданіда амонію (калію). Написати рівняння реакції з отриманням $\text{Fe}(\text{SCN})_3$, який надає розчину яскраво-червоне забарвлення. Відзначити, що забарвлення характерне тільки для солі феруму (III).

9.3.2 Гідроксид феруму (II)

У пробірку з 3-4 см³ розчину FeSO_4 додати розчин лугу до утворення зеленого осаду гідроксиду феруму (II). Перемішати отриманий осад скляною паличкою і через 2 хв спостерігається побуріння осаду внаслідок окиснення гідроксиду феруму (II) і перетворення його в гідроксид феруму (III).

Перевірити дослідним шляхом, як взаємодіють щойно осаджений гідроксид феруму (II) з розчином хлоридної кислоти. Які властивості проявляє в цій реакції гідроксид феруму (II)? Написати рівняння реакцій:

- а) утворення гідроксиду феруму (II);
- б) окиснення отриманого осаду в гідроксид феруму (III) під дією кисню повітря і води.

9.3.3 Гідроксид феруму (III)

В пробірку внести 5-6 см³ розчину хлориду феруму (III) і додати 3-4 см³ розчину NaOH. Що спостерігається? Поділити отриманий осад на дві частини. В одну пробірку додати розчин кислоти, у другій пробірці перевірити розчинність осаду в розчині NaOH. Написати рівняння реакцій:

а) взаємодії хлориду феруму (III) з розчином лугу з утворенням гідроксиду феруму (III);

б) розчинення гідроксиду феруму (III) в кислоті.

9.3.4 Гідроксиди кобальту (II) і нікелю (II)

Отримання гідроксиду кобальту (II) і його окиснення

У дві пробірки помістити по 2-3 см³ розчину солі кобальту (II) і додавати по краплях розчин NaOH; спочатку з'являється синій осад основної солі, який потім стає рожевим, що вказує на утворення гідроксиду кобальту (II). Осад в одній пробірці ретельно розмішати, а в іншій додати 2-3 см³ 3%-ного розчину пероксиду водню. У якій із пробірок спостерігається окиснення гідроксиду кобальту?

Написати рівняння реакцій. Для реакції взаємодії з H₂O₂ скласти електронний баланс.

Отримання гідроксиду нікелю (II) та його окиснення

У три пробірки помістити по 2-3 см³ розчину солі нікелю і додати по краплях розчин NaOH до утворення осаду гідроксиду нікелю (II). У першій пробірці осад ретельно розмішати скляною паличкою, до другої додати 2-3 см³ 3%-ного розчину пероксиду водню.

Чи спостерігається зміна кольору осаду? Чи відбувається окиснення гідроксиду нікелю (II) киснем повітря і пероксидом водню?

Результати експериментальних даних та спостережень представити у вигляді таблиці 9.3.

Таблиця 9.3. Результати досліджень та спостережень

№ пробірки	Формула речовини	Взаємодія з лугом	Взаємодія з іншими реактивами	Взаємодія з кислотою	Властивості сполуки, що утворюється
1	FeSO ₄		K ₃ [Fe (CN) ₆]		
2	FeCl ₃		K ₄ [Fe(CN) ₆]		
3	FeCl ₃		KSCN		
4	FeSO ₄	NaOH			
5	Fe(OH) ₂			HCl	
6	FeCl ₃	NaOH			
7	FeCl ₃			HCl	
8	CoCl ₂	NaOH			
9	CoOHCl	NaOH			
10	CoOHCl		H ₂ O ₂		
11	NiCl ₂	NaOH			
12	Co(OH) ₂		H ₂ O ₂		

Завдання та питання самоконтролю

1. Особливості проведення окисно-відновних процесів.
2. Дайте визначення поняттю «окисник»
3. Дайте визначення поняттю «відновник»
4. Особливості проведення процесів осадження.
5. Дайте визначення поняттю «комплексні сполуки»

СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Воскресенский П.И. Основы техники лабораторных работ. – М.: Госхимиздат, 1986. – 272 с.
2. Степин Б.Д. Техника лабораторного эксперимента в химии. – М.: Химия, 1999. – 600 с.
3. Захаров Л.Н. Техника безопасности в химических лабораториях: Справ. изд. – Л.: Химия, 1991. – 336 с.
4. Косогіна І.В., Астрелін І.М. Прикладна хімія [навч. посібник] – К.: НТУУ «КПІ», 2015. – 282 с.

ДОДАТОК: ПРОТОКОЛИ ДО ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

Протокол до лабораторної роботи **ХІМІЧНИЙ ПОСУД ТА РОБОТА З НИМ**

Мета роботи: засвоєння правил роботи в хімічній лабораторії; ознайомлення з різними видами хімічного посуду, його призначенням та особливостями застосування того чи іншого типу посуду в залежності від призначення.

Теоретичні відомості

Матеріали для виготовлення хімічного посуду

Проведення будь-якого хімічного експерименту вимагає використання стандартного хімічного посуду, а також допоміжних деталей і вузлів – _____, _____. Вибираючи тип скляного посуду, необхідно знати його термічну й хімічну стійкість. *Хімічно стійке скло* має дуже важливе значення в лабораторній практиці, оскільки саме з нього виготовляють різноманітний хімічний посуд (колби, ректифікаційні колонки тощо). Додаванням до складу скла _____ і збільшенням вмісту _____ в ньому досягають стійкості проти дії кислот і лугів. Хімічно стійке скло широко застосовують також для виготовлення різноманітних промислових апаратів - колон, абсорберів, кранів, труб тощо.

Основні вимоги, що висуваються до лабораторного посуду та виробів зі скла – це термічна та хімічна стійкість.

Термічна стійкість – це здатність скла витримувати без руйнування різкі _____ температури. Максимальна різниця температур, яку витримує скло, не руйнуючись, є величиною його термічної стійкості. Термічна стійкість скляних посудин залежить, зокрема, від _____ стінок. Наприклад, термічна стійкість виробів із чеського скла «сімакс» при товщині стінки посудини ____ мм складає 312 °C, при 3 мм – 180 °C, при ____ мм – 100 °C.

По термостійкості скло розділяють на групи відповідно їх коефіцієнтів лінійного теплового розширення в інтервалі температур 20–300 °C.

Хімічна стійкість – це здатність скла протистояти руйнівному впливу води, кислот, лугів та інших хімічних реагентів. Хімічну стійкість скла визначають по ГОСТ 21400–75, який встановлює класи гідролітичної стійкості (водостійкості), кислотостійкості та лугостійкості скла по _____ маси зразка скла після витримки протягом певного часу у відповідному середовищі.

Скло добре переносить навантаження на _____, гірше – на вигин, але погано сприймає ударний вплив. Під дією води і водних розчинів солей на скло в результаті розчинення та гідролізу силікатів лужних металів на поверхні скла утворюється захисна плівка з SiO₂. Така плівка досить стійка в нейтральних і кислих розчинах (крім _____), але руйнується в лужному середовищі через переведення у розчин орто- і полісилікатів лужних та інших металів, що входять до складу скла. Для захисту скла від впливу лужного середовища рекомендують створювати на поверхні скляної посудини спеціальну плівку, обробляючи виріб спочатку сульфатною кислотою, розведеною водою у співвідношенні 1:1, а потім, після промивання – розплавленим при 200–300 °C _____ або стеарином.

Скляний хімічний посуд може раптово розтріскуватися без видимої причини. Часто це відбувається через появу на його поверхні незначних подряпин, що утворюються при механічному очищенні посуду піском, вугіллям, металевою щіткою та іншими твердими предметами. Подряпини можуть з'явитися і тоді, коли посуд ставлять на цеглу, керамічні плитки з нерівною поверхнею. При закріпленні скляних виробів у штативах часто

недооцінюють тиск різних лапок і тримачів при затягуванні гвинта. Скляні предмети варто закріплювати в затисках, які обладнані прокладками з _____ матеріалів.

Найбільшого поширення для виготовлення хімічного посуду набула _____ – білий керамічний матеріал, що просвічує в тонкому шарі і має характерне звучання при ударі. Відрізняється водо- і газонепроникністю, механічною міцністю. Термостійкість неглазурованої порцеляни становить 1400–1500 °С. _____ порцеляна менш термостійка, тому такий фаянс можна використовувати лише до 1200 °С. При тривалому нагріванні такої порцеляни вже температурі близько 1000 °С глазур розскловується і відшаровується.

Порцеляна хімічно стійка до дії більшості кислот і кислих розплавів, крім HF і _____. Гідрогенхлорид роз’їдає фарфор при 800 °С, а вище 1000 °С порцеляна руйнується під впливом хлору. При одночасній присутності в цих газах карбонвмісних речовин дія HCl і Cl₂ проявляється при більш низьких температурах. Порцеляна поступово руйнується також і при контакті з розплавами гідроксидів лужних _____, кальцію і барію або їх концентрованими водними розчинами.

До складу порцеляни входять SiO₂ (75 %), Al₂O₃ (19–21 %), K₂O (3–4 %). Порцеляну застосовують для виготовлення тиглів, човників, чашок, ступок, шпательів, склянок та інших виробів. Тонкостінні порцелянові тиглі можна вносити прямо в полум’я газового пальника, а потім охолоджувати до кімнатної температури. Товстостінні склянки та чашки необхідно нагрівати з обережністю, їх не можна гріти на відкритому полум’ї, а потрібно застосовувати сітки з азбестовою накладкою.

Хімічний посуд

Хімічний посуд, що випускається для потреб лабораторій, надзвичайно різноманітний. Треба уникати проведення конкретного хімічного експерименту в посуді не призначеному для нього. Можливість здійснення синтезу речовини з максимальним виходом і необхідною чистотою багато в чому залежить від правильного вибору хімічного посуду і надійного з’єднання його різних видів в лабораторній установці за допомогою шліфів, затворів, трубок і інших сполучних елементів.

Основний хімічний посуд і прилади, які використовуються у лабораторному практикумі наведено на рисунку 1.

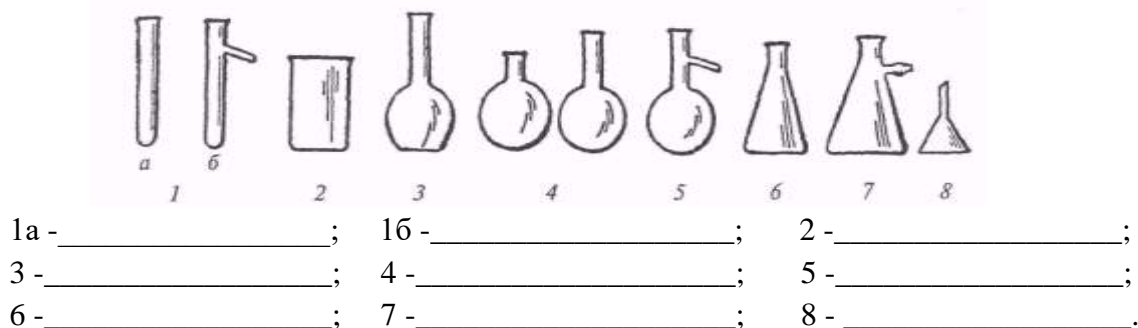


Рис. 1. Скляний посуд

Завдання

Кожен студент одержує набір хімічного посуду. Студенти мають ознайомитись із запропонованими зразками посуду, після чого замалювати його в протоколах та дати детальний опис – матеріал, призначення, особливості конструкції та роботи з ним.

Протокол до лабораторної роботи **ТЕХНОХІМІЧНІ І АНАЛІТИЧНІ ТЕРЕЗИ ТА ЗВАЖУВАННЯ НА НИХ**

Мета роботи: ознайомлення з принципом роботи аналітичних терезів; засвоєння правил роботи на аналітичних терезах; набуття навичок роботи на аналітичних терезах.

Теоретичні відомості

Терези – прилади для визначення маси тіла. Масу тіла знаходять створенням за допомогою зрівноважуючої сили, що _____ рухливу частину терезів у вихідне положення рівноваги, тобто терези є _____ пристроєм.

За способом створення зрівноважуючої сили терези поділяють на *механічні* _____ (рівноплечі та нерівноплечі) і _____ (маятниковий врівноважуючий пристрій), _____ (торсійні), _____ та деякі інші.

Методи зважування поділяють на дві принципово різні групи – метод _____ з мірою та метод безпосередньої _____.

В залежності від характеру експерименту, що виконується, зважування проводять з різним ступенем точності. При зважуванні на технохімічних терезах точність зважування _____ г.

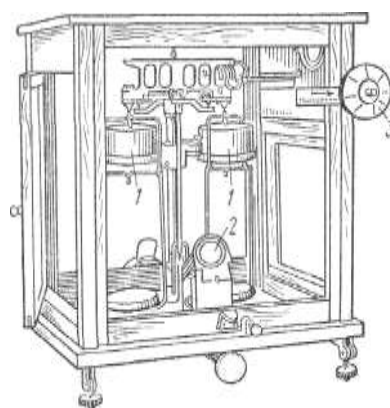
У хімічному аналізі потрібна підвищена точність зважування (до $\pm 0,0001$ г). Для цього застосовують аналітичні терези різної конструкції. Вони обладнані твердими призмами, слугують опорами коливань самого коромисла і підвішених на ньому чашок. Від збереження призми залежить точність зважування. Спеціальний пристрій (арретир) роз'єднує призми і опори в неробочому положенні терезів. Для оберігання від _____ і випадкових коливань повітря терези розміщують у _____ вітрини.

_____ аналітичні терези АДВ-200 (рис. 1.) відрізняються наявністю демпферів 1, які швидко гасять коливання коромисла. Крім того, стрілка цих терезів зв'язана з _____ пристроєм, що дозволяє відрховувати на оптичній шкалі 2 міліграми і десятку частку міліграма. Наважка від 0,01 до 0,5 г в цих терезах навантажується на спеціальну планку коромисла поворотом _____ 3. На чашку ставляться тільки наважка з масою більше _____ г.

При зважуванні на аналітичних терезах забороняється:

- а) ставити на терези гарячі або вологі предмети;
- б) зважувати леткі речовини у відкритій тарі,
- в) зважувати на звичайному папері (тільки на кальці);
- г) переносити наважки руками;
- д) брати наважки з інших наборів;
- е) залишати терези після зважування не приведеними в стан рівноваги;
- ж) відходити від терезів під час зважування;
- з) починати зважування, не поклавши поруч з терезами лабораторний журнал.

У сучасних аналітичних терезах застосовують для відліку відхилення стрілки оптичні пристрої, що дозволяють доводити точність відліку до 0,001...0,005 мм. Для зменшення числа коливань коромисла біля положення рівноваги, а отже, і переміщення стрілки зі шкалою або уздовж шкали, застосовують _____ коливань – демпфери.



1 – _____, 2- _____, 3 - _____.

Рис. 1. Демпферні аналітичні терези

Демпфер (нім. Dampfer – глушитель) може мати різну будову. Найбільшого поширення набули демпфер _____ і _____ демпфер. При нахиленні коромисла терезів верхній стакан демпфера Кюрі стискає в нижньому нерухомому стакані повітря і змушує його виходити по довгому звивистому шляху назовні. Робота виходу повітря відбувається за рахунок енергії коливань коромисла, що і приводить до швидкого гальмування коливань.

Чутливість терезів – це мінімальна зміна маси, яку терези у змозі визначити. Чутливість коромислових терезів визначають числом поділок шкали, яку вказує _____ коромисла при навантаженні чашки 1 мг. Чим менше маса предмета, що викликає відхилення стрілки на одну поділку шкали, тим більш чутливі терези. Чутливість терезів – це ціна (у мг) однієї поділки шкали.

Завдання

Ознайомитись з конструкцією технічних та аналітичних механічних терезів. Замалювати їх загальний вигляд та позначити основні елементи. Для аналітичних терезів замалювати будову таких вузлів як демпфер, арретир та описати принцип їх дії.

Провести зважування трьох різних предметів на технічних, технічних електронних, техно-хімічних і аналітичних вагах та оцінити точність зважування.

Результати

Результати представити у вигляді таблиці 1.

Таблиця 1. Результати зважувань

Предмет	Терези			
	Технічні електронні	технічних	техно-хімічних	аналітичних
стакан				
бюкс				
лійка				
калька				
калька з наважкою				
наважка				

Протокол до лабораторної роботи **МІРНИЙ ПОСУД ТА ПРАВИЛА РОБОТИ З НИМ. ПЕРЕВІРКА МІРНОГО ПОСУДУ**

Мета роботи: ознайомитися з основними видами мірного посуду та правилами роботи з ним. Здійснити перевірку мірного посуду на відповідність номінального об'єму дійсному та встановити точність калібрування градуйованих піпеток. Робота з пробовідбірниками різного типу та освоєння навичок роботи з піпетками.

Теоретичні відомості

Правила користування мірним посудом

Користуватися слід тільки добре вимитим посудом. Піпетки і бюретки перед використанням сполоснути 2-3 рази невеликими порціями розчину, який мають вимірювати. Після закінчення роботи піпетки миють дистильованою водою (у випадку роботи з водними розчинами) або _____, прополіскують 2-3 рази дистильованою водою, встановлюють в штатив для піпеток або в сухий скляний циліндр і прикривають _____ або перевернутою пробіркою для захисту від пилу.

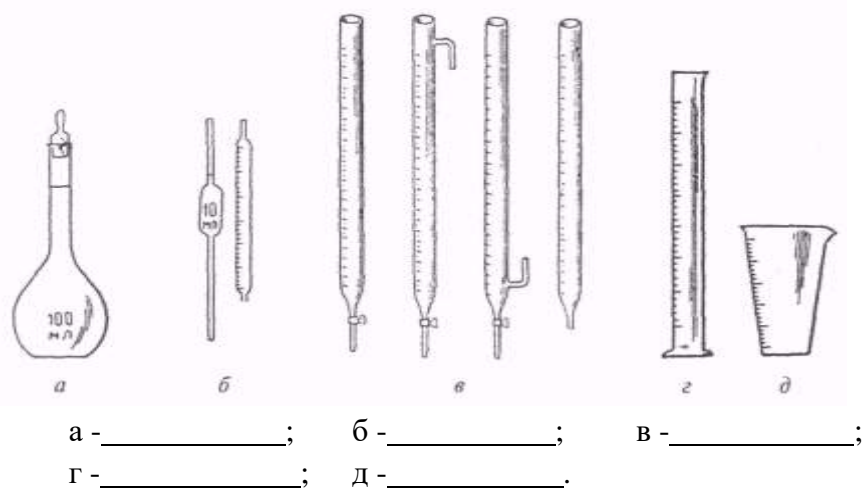


Рис. 1. Мірний посуд

Для точного вимірювання об'єму рідини використовують мірний посуд з мітками, що вказують на їх _____. До мірного посуду належать бюретки, мірні колби, піпетки, мірні циліндри, мензурки і градуйовані пробірки.

Мірний посуд, що випускається промисловістю, калібрований на вливання чи виливання. Бюретки, колби, піпетки, що використовуються для точних вимірювань, калібрують за зразком, зазвичай при _____. Згідно з цим бюретки, мірні колби і піпетки виготовляються 1-го чи 2-го класів точності. Допустиме відхилення для бюреток і градуйованих піпеток 1-го класу точності відповідає _____ найменшого ділення шкали, для 2-го класу — ціні найменшого ділення шкали.

Зміна об'єму мірного посуду внаслідок стискання або розширення скла при зміні температури незначні, що дає можливість користування нею при температурі, що відрізняється від 20 °C на декілька градусів, без поправки. Наприклад, об'єм колби ємністю 1 дм³, каліброваної при 20 °C буде при 26 °C дорівнювати 1000,15 см³.

Перевірка мірних колб

Мірні колби, підготовлені до перевірки на виливання, встановлюють на рівну

горизонтальну поверхню і заповнюють дистильованою водою на декілька см³ нижче мітки. Після того, як вміст колб прийме температуру вагової _____, додають воду піпеткою точно до мітки. Потім із колби виливають воду в попередньо зважений стакан або конічну колбу. Дають стекти краплям води протягом _____ с і зважують колбу з водою. Після відрахування маси тари отримують значення маси води, вилитої з мірної колби. Зважування повторюють _____ рази і знаходять середню масу вилитої води.

Завдання Перевірка мірних колб

Тиск Р, мм.рт.ст.

Температура Т, °С.

У викладача отримують колбу для перевірки, зважують її на аналітичних вагах $m(\text{колби})$, потім набирають в неї води по нижньому меніску, обтирають горловину колби від крапель води фільтрувальним папером дають постояти 2–3 хв а потім зважують $m_1(\text{колби+вода})$ і записують результат. Потім виливають воду з колби обертовими рухами горличком вниз, обсушують колбу на фільтрувальному папері і вологу колбу зважують на аналітичних вагах $m_2(\text{колби})$. Методику повторюють три рази. Після виконання усіх зважувань проводять розрахунки:

Таблиця 1. Результати зважувань для повірки мірних колб

Предмет	Вид вагів	
	Технічні електронні, г	Аналітичні, г
$m(\text{сухої колби})$		
$m_1(\text{колби з водою})$		
$m_2(\text{колби з водою})$		
$m_3(\text{колби з водою})$		
$m_1(\text{вологої колби})$		
$m_2(\text{вологої колби})$		
$m_3(\text{вологої колби})$		

вага сухої колби $m(\text{колби})$, г;

вага колби з водою $m_1(\text{колби+вода})$, г;

вага вологої колби $m_2(\text{колби})$, г;

вага колби з водою $m_3(\text{колби+вода})$, г;

вага вологої колби $m_4(\text{колби})$, г;

вага колби з водою $m_5(\text{колби+вода})$, г;

вага вологої колби $m_6(\text{колби})$, г.

Знаходимо середнє значення маси колби з водою, г:

$$m_{cp}(\text{колба} + \text{вода}) = \frac{m_1(\text{колба} + \text{вода}) + m_3(\text{колба} + \text{вода}) + m_5(\text{колба} + \text{вода})}{3}.$$

Знаходимо середнє значення маси вологої колби, г:

$$m_{cp}(\text{колба}) = \frac{m_2(\text{колба}) + m_4(\text{колба}) + m_6(\text{колба})}{3}.$$

Знаходимо масу води у колбі, г

$$m(H_2O) = m_{cp}(\text{колба} + \text{вода}) - m_{cp}(\text{колба}).$$

Теоретичну масу води знаходять враховуючи залежність від значень температури та тиску у лабораторії у день проведення лабораторної роботи. Потім визначають масу 1 дм³ води та поправку на тиск з номінального об'єму аналізованої колби. Якщо тиск більший за 760 мм.рт.ст поправку множать на різницю між тисками та віднімають від знайденої маси:

$$m_{теор}(H_2O) = V_{ном} \cdot \rho(H_2O) \pm \Delta P,$$

де $V_{ном}$ – номінальний об'єм аналізованої колби, см³;

$\rho(H_2O)$ – густина води при температурі дослідів, г/см³ (табл. 3.1 навч. посібника);

ΔP – поправка на тиск (табл. 1 навч. посібника)

$$\Delta V = m_{теор}(H_2O) - m(H_2O).$$

Різниця між табличною і фактичною масою води відповідає ΔV (см³).

Перевірка мірних піпеток

Перевірка мірного посуду полягає у визначенні його дійсного об'єму $V_{дійс.}$. В результаті перевірки знаходять _____, яка являє собою різницю між дійсним об'ємом і номінальним, позначеному на посуді.

Мірний посуд перевіряють, визначаючи масу дистильованої води, що міститься в ній або вилитої з неї при певній температурі і певному барометричному тиску. За масою води, користуючись таблицями, розраховують дійсний об'єм посуду і границі похибки (відхилення від об'єму, вказаному на мірному виробі).

За одиницю об'єму приймають дійсний 1 дм³, тобто об'єм, який займає вода масою в 1 кг при _____ °С і нормальному атмосферному тиску _____ гПа (760 мм.рт.ст.).

Методика перевірки не градуйованих піпеток аналогічна перевірці мірних колб.

Перевірка градуйованих піпеток: При відборі проби прозорої рідини піпеткою необхідно встановити рівень рідини по нижньому _____, а інтенсивно забарвленої – по верхньому.

Особливістю перевірки є перевірка градування по всій довжині піпетки.

Нехай номінальний об'єм піпетки 5 см³, з основними поділками на 1 см³, тоді умовно ділимо піпетку на три діапазони за поділками: 1–3 (2 см³), 3–5 (2 см³), 2–4 (2 см³). Спочатку зважують сухий бюкс. Далі набирають пробовідбірником воду в піпетку до положення 1, потім повільно опускають в попередньо зважений бюкс стовпчик рідини у піпетці до поділки 3 і зважити бюкс з водою m_2 .

Тиск P , мм.рт.ст.

Температура T , °С.

Вага бюкса m , г;

вага бюкса з водою m_1 , г;

вага бюкса з водою m_2 , г;

вага бюкса з водою m_3 , г.

Знаходимо масу води у бюксі з кожного діапазону, г

Діапазон 1–3:

$$m(H_2O)_{1-3} = m_1 - m.$$

Діапазон 3–5:

$$m(H_2O)_{3-5} = m_2 - m_1.$$

Діапазон 2–4:

$$m(H_2O)_{2-4} = m_3 - m_2.$$

Таблиця 2. Результати зважувань для повірки мірних піпеток

Предмет	Вид вагів	
	Технічні електронні, г	Аналітичні, г
m(сухого бюкса)		
m ₁ (бюкса з водою)		
m ₂ (бюкса з водою)		
m ₃ (бюкса з водою)		
m ₄ (бюкса з водою)		
m ₅ (бюкса з водою)		

Знаходимо середнє значення маси води, г:

$$m_{cp}(H_2O) = \frac{m_{1-3}(H_2O) + m_{3-5}(H_2O) + m_{2-4}(H_2O)}{3}$$

Теоретичну масу води знаходять за таблицею 3.1 навчального посібника в залежності від температури та тиску у лабораторії у день проведення лабораторної роботи. Знаходять масу 1дм³ води та поправку на тиск з номінального об'єму аналізованої колби. Якщо тиск більший за 760 мм.рт.ст поправку множимо на різницю між тисками та віднімають від знайденої маси.

$$m_{теор}(H_2O) = V_{ном} \cdot \rho(H_2O) \pm \Delta P,$$

де $V_{ном}$ – теоретичний об'єм діапазону вимірювання піпетки (приклад: 2 см³), см³;

$\rho(H_2O)$ – густина води при температурі дослідів, г/см³;

ΔP – поправка на тиск

$$\Delta V = m_{теор}(H_2O) - m(H_2O)$$

Різниця між табличною і фактичною масою води відповідає ΔV в см³.

Протокол до лабораторної роботи **МИТТЯ ТА СУШІННЯ ХІМІЧНОГО ПОСУДУ**

Мета роботи: ознайомитися з основами миття та сушіння посуду різними методами. Засвоїти особливості приготування хромової суміші для миття посуду та порівняти ефективність очищення посуду різної природи забруднень різними миючими засобами.

Теоретичні відомості

1) **Миття водою.** В тих випадках, коли хімічний посуд не забруднений _____, жирними та іншими нерозчинними у воді речовинами, посуд можна мити теплою водою. Посуд вважається чистим, якщо на його стінках не залишається окремих крапель, а вода залишає на них рівномірну тонку плівку.

2) **Миття хромовою сумішшю.** Дуже часто в лабораторіях для миття посуду застосовується хромовою суміш. Застосування її ґрунтується на тому, що хромовоокислі солі в кислому розчині є сильними окисниками. Зазвичай для приготування хромової суміші беруть _____, додають до неї близько 5% кристалічного подрібненого в ступці порошку $K_2Cr_2O_7$ і обережно нагрівають у фарфоровій чашці на водяній бані до тих пір, поки увесь $K_2Cr_2O_7$ не перейде у розчин.

Необхідно відмітити, що хромову суміш корисно використовувати легко підігрітою, хоча б до 45-50 °C, тоді вона діє сильніше і результат миття нею значно покращується.

Обробку посуду проводять у витяжній шафі, тому що суміш виділяє отруйний і леткий оксид CrO_3 . Суміш стає непридатною, як тільки вона набуває зеленого забарвлення в результаті відновлення Cr^{6+} до Cr^{3+} . Зберігають суміш у _____ склянці, закритій товстою скляною пластинкою.

4) **Миття сульфатною кислотою.** Коли посуд забруднений смолистими речовинами, нерозчинними у воді, а також в тих випадках, коли в лабораторії немає готової хромової суміші, посуд можна мити концентрованою сульфатною кислотою або концентрованим (до 40%) розчином лугу _____. Смоли здебільшого розчиняються або в кислоті, або в лузі, і замість того, щоб для їх видалення витратити дорогі органічні розчинники, необхідно використовувати спочатку сульфатну кислоту або луг. Для цієї мети в посуд наливають кислоту або луг в такій кількості, щоб їх об'єм дорівнював об'єму смоли або був трохи більше останнього, але так, щоб можна було без ризику _____ посуд. Коли смоли дуже багато, процедуру необхідно проводити декілька разів.

5) **Суміш Комаровського** складається з рівних об'ємів 5–6 %-вого водного розчину _____ і 6 M хлоридної кислоти. Її застосовують для видалення поверхневих забруднень зі скла, _____ та полімерних матеріалів. Ця суміш залишає поверхню більше чистою, ніж хромовою або перманганатною. Перед використанням суміш Комаровського підігрівають до _____, а після ополіскування посуду чистою водою перевіряють на відсутність у воді іонів Cl (проба з $AgNO_3$).

Абсолютно недопустимо застосовувати для механічної чистки посуду _____, оскільки він руйнує скло з утворенням мікротріщин. При нагріванні посуд, який має подряпини, зазвичай тріскається.

Сушіння хімічного посуду

Сушіння в сушильній шафі. Швидке висушування посуду можна проводити також у сушильній шафі. Звичайно в сушильну шафу посуд ставлять після того, як він деякий час постояв перевернутим, в результаті чого з нього витікає вся зайва рідина. Сушіння має проводитися при температурі 80-100 °С. На полицю шафи необхідно покласти шматок чистого фільтрувального паперу. Після сушіння в сушильній шафі посуд відразу використовувати не можна, він має _____.

При митті посуду необхідно пам'ятати наступне:

1. посуд завжди має бути вимитий максимально чисто і ополіснутий _____ водою;
2. при роботі з йоршем необхідно слідкувати, щоб нижнім кінцем _____ і не проломити стінки;
3. при сушінні посуду необхідно слідкувати, щоб він не забруднився;
4. при митті посуду різними органічними розчинниками останні необхідно _____;
5. цінні осадки та розчини (____, срібло, платина, ртуть та ін.) при підготовці посуду до миття не можна виливати чи викидати в раковину, а потрібно зібрати в окремі склянки;
6. концентровані розчини кислот та лугів, речовин, що погано пахнуть, та отруйних речовин, хромову суміш, металевий _____, не можна викидати/виливати до раковини;
7. при митті кислотами, лугами, хромовою сумішшю необхідно дотримуватися всіх правил і норм техніки безпеки.

Завдання

Після ознайомлення з посудом студенти мають приготувати згідно із завданням викладача одну із описаних вище хімічних сумішей для миття посуду, при цьому необхідно дотримуватись усіх вимог техніки безпеки. Суміш готується змішуванням компонентів у термостійкому хімічному стакані і потім переливається в заздалегідь заготовлену склянку, яку потім закривають та наклеюють на бічну поверхню етикетку із необхідною інформацією. Приготовлена хімічна суміш надалі використовується для миття посуду.

Приготування хромової суміші

Об'єм води – 100 см³.

Маса K₂Cr₂O₇ – 6 г.

Об'єм сульфатної кислоти (ρ = 1,84 г/см³) – 100 см³.

Наважку K₂Cr₂O₇ зважену на технічних електронних вагах перенести у ступку і гарно розтерти товкачиком до зміни забарвлення з інтенсивного оранжевого до жовтого. Потім додати невелику кількість води в ступку, розтерти та кількісно перенести у порцеляновий стакан і помістити його у витяжну шафу. Далі робота проводиться у витяжній шафі. Циліндром відміряти 100 см³ H₂SO₄ і додати до розтертого дихромату калію при постійному перемішуванні.

Миття запропонованих зразків посуду проводять згідно із встановленим порядком, коригуючи його відповідно до стану поверхні, – спочатку миття за допомогою йоржиків, потім знежирюючими розчинами і далі за допомогою хімічних

сумішей із ретельним промиванням водопровідною водою між операціями та дистильованою – наприкінці миття. Після очищення посуду проводять аналіз контролю чистоти поверхні та сушать посуд. Відмитий та висушений посуд має бути продемонстрований викладачу.

Протокол до лабораторної роботи **ВИЗНАЧЕННЯ ГУСТИНИ РЕЧОВИН РІЗНИХ АГРЕГАТНИХ СТАНІВ**

Мета роботи: практичне засвоєння методики встановлення густини речовини різними методами та уточнення концентрації розчину за визначеною густиною.

Теоретичні відомості

1. Визначення відсоткової концентрації розчину за густиною

Поки в сушильній шафі йде випаровування води, ознайомтеся з правилами роботи із ареометрами, з'ясуйте ціну великої і малої поділок.

Густина розчину найбільш просто може бути визначена за допомогою ареометра. Ареометр занурюється в рідину тим глибше, чим менше її густина. Тому поділка, що відповідає найбільшому для даного ареометра значенню густини, знаходиться в нижній частині шкали і, навпаки, поділка, що відповідає найменшому значенню густини, знаходиться у верхній частині шкали.

Наливають приблизно 100 см³ досліджуваного розчину в високий циліндр, в якому буде проводитися визначення густини, і сухим термометром вимірюють його температуру. Якщо температура виявиться нижче або вище 20 °С, поміщають циліндр у високу склянку з теплою чи холодною водопровідною водою і, помішуючи розчин скляною паличкою, доводять його до потрібної температури.

У циліндр з досліджуваним розчином обережно опускають ареометр, притримуючи його рукою, до вільного розміщення ареометра в розчині (якщо ареометр опускається на дно або виштовхується з розчину, його треба замінити на інший розрахований на наступний або попередній діапазон густин). Після того як ареометр зупиниться, проводять вимірювання. Стежать, щоб під час вимірювання ареометр не торкався стінок циліндра. Поділка, навпроти якої знаходиться верхній край меніска рідини, відповідає густині розчину. Під час вимірювання необхідно розмістити прилад таким чином, щоб меніск перебував на рівні очей. За допомогою ареометра густина визначається з точністю $\pm 0,003$. Повторюють визначення ще 2 рази. Для цього, піднявши ареометр на 1-2 см, опускають його і знову знімають показання. Знаходять середнє арифметичне трьох вимірювань. За знайденою густиною розчину визначають концентрацію.

Результати представляють у вигляді таблиці 1.

Таблиця 1. Результати експериментальних та довідникових даних

розчин	ρ (довідник), г/см ³	ρ (експерим), г/см ³				$\Delta\rho$
		1	2	3	середнє	
1						
2						
3						
4						

Зробити висновок та вказати уточнені концентрації запропонованих розчинів.

2. Визначення відсоткової концентрації розчину

Отримують склянку з розчином солі і записують її номер. Зважують на технічних терезах сухий чистий бюкс чи маленьку порцелянову чашку. Суху піпеткою відбирають зі склянки 10 см³ досліджуваного розчину. Зважують бюкс з розчином і поміщають його в сушильну шафу при цьому знімають кришку бюкса та розміщають її поряд з бюксом у шафі, витримуючи до повного видалення води при 90 °С. Не допускають кипіння розчину, яке призводить до втрат речовини за рахунок розбризкування. Після видалення води збільшують температуру до 100 °С і висушують сіть ще 30 хв. Охолоджують бюкс до кімнатної температури і зважують його, закривши кришкою. Повторюють операцію висушування при 150°С ще протягом 10 хв, знову охолоджують і зважують. Визначення можна вважати закінченим, якщо результати двох останніх зважувань будуть відрізнятися не більше ніж на 0,02 г.

На основі отриманих даних розраховують концентрацію досліджуваного розчину. Дані досліду і результати записують за формою:

Об'єм мірної піпетки, см³ – ...

Маса бюкса, г – ...

Маса бюкса з розчином, г – ...

Маса розчину, г – ...

Маса бюкса з сухим залишком, г:

1-е зважування:

2-е зважування:

Маса залишку, г.

Концентрація досліджуваного розчину, % і моль /дм³

3. Визначення густини розчину пікнометричним методом

Густину рідкої речовини можна визначити за допомогою спеціального пристрою – пікнометра.

1. Попередньо вимитий та висушений пікнометр зважують на аналітичних терезах.

2. Розчин, густина якого визначається переносять у пікнометр, витримують 30 хвилин під вакуумом для дегазації. Після цього рівень досліджуваної рідини в пікнометрі доводять до мітки та зважують пікнометр.

3. Ретельно вимитий пікнометр заповнюють дистильованою водою, витримують 30 хвилин під вакуумом для дегазації. Після цього рівень дистильованої води в пікнометрі доводять до мітки та зважують пікнометр.

Густину розраховують за формулою:

$$\rho^t = \rho_B \cdot \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1},$$

де ρ_B - густина чистої води при температурі t ; m_1 - маса порожнього пікнометра; m_2 - маса пікнометра, заповненого чистою водою або іншою рідиною з відомою густиною до певної відмітки; m_3 - пікнометра, заповненого досліджуваною речовиною до тієї ж відмітки.

Протокол до лабораторної роботи **ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ РІЗНОЇ ЗАДАНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ**

Мета роботи: практичне засвоєння навичок приготування розчинів заданої відсоткової концентрації з кристалогідратів та уточнення концентрації розчину ареометричним методом.

Теоретичні відомості

Концентрації розчинів виражають у вигляді: _____ (кг/дм³; г/см³; г/дм³); _____ (моль/м³; моль/дм³); _____ (моль/кг розчинника) і молярної концентрації еквівалентів.

Розчини незалежно від їх концентрації, варто готувати тільки на дистильованій воді або чистих розчинниках. В особливих випадках застосовують _____.

Перед приготуванням розчину, підбирають необхідний посуд, у якому будуть готувати і зберігати одержаний розчин. Як правило, ємність посудини повинна бути _____ більше заданого об'єму розчину, що готується.

Посуд варто попередньо добре вимити. Як під час приготування розчинів, так і при їхньому збереженні, посуд необхідно обов'язково закривати заздалегідь _____ пробками.

Кожна склянка чи будь-який посуд з готовим розчином заданої концентрації повинні мати _____ або напис із назвою речовини, що міститься в розчині, його концентрації, дати його приготування і дати останньої перевірки концентрації розчину, підпису лаборанта або дослідника.

Для приготування розчинів варто застосовувати, чисті речовини. Приготовлені розчини обов'язково перевіряють на вміст тієї речовини, що розчиняли і, якщо, необхідно, корегують склад, додаючи необхідну кількість речовини чи води.

Завдання

1. Приготування розчину заданої відсоткової концентрації з кристалогідратів

7. Отримати у викладача зразок речовини.
8. Розрахувати наважку, необхідну для приготування розчину заданої концентрації.
9. Зважити наважку на технічних терезах.
10. Розчинити наважку в порцеляновому стакані перемішуючи вміст скляною паличкою.
11. Перелити приготований розчин до заздалегідь підготованої склянки.
12. Підписати склянку з розчином, вказавши розчинену речовину, її концентрацію, дату приготування, своє прізвище та номер групи.

В отриманому розчині за допомогою ареометра виміряти _____ густину приготованого розчину. Для встановлення розбіжності знайденої величини густини та за довідковими даними знаходять відносну похибку експерименту:

$$\delta = \frac{\rho^{\text{теор}} - \rho^{\text{практ}}}{\rho^{\text{теор}}} \cdot 100 \%$$

де $\rho^{\text{теор}}$ – густина розчину за довідниковими даними, г/см³;

$\rho^{\text{прат}}$ – густина розчину, визначена практично, г/см³.

Речовина:

2. Приготування розчину лугу заданої концентрації з порошкоподібної речовини

Приготувати 100 см³ розчину _____ концентрацією 5 %, якщо вихідна речовина: NaOH, KOH...

Розрахувати наважку сухого лугу і об'єм води для приготування розчину. Розрахунки проводять аналогічно пункту 1.

Речовину зважують на технічних терезах, переносять в хімічний стакан і розчиняють в _____ кількості води.

В отриманому розчині за допомогою ареометра вимірюють відносну густина приготованого розчину.

Речовина:

3. Приготування розчину лугу та кислоти заданої концентрації з концентрованих розчинів

1. Розрахувати _____ кислоти (лугу), необхідний для приготування розчину заданої концентрації.

2. Відміряти піпеткою з пробовідбірником необхідну кількість лугу (кислоти) і перенести розчин до заздалегідь підготованої мірної колби.

3. Довести вміст колби до мітки, закрити пробкою і ретельно перемішати розчин, обережно і повільно _____ колбу догори дном і знову повертаючи її в колишнє положення (так роблять 30÷35 разів). Для перемішування розчину колбу тримають за горло великим і середнім пальцями правої руки, а вказівним пальцем цієї ж руки _____ пробку, якщо виникають труднощі, можна примати пробку та горло долонею правої руки. Лівою рукою підтримують колбу за дно.

4. Підписати склянку з розчином, вказавши розчинену речовину, її концентрацію, дату приготування, своє прізвище та номер групи.

Речовина:

4. Фіксація та робота з ними. Приготування розчинів точної концентрації

Для приготування розчину точної концентрації, наприклад, 0,1 нормального (моль-еквівалентного) розчину без поправочного коефіцієнта необхідно вміст ампули кількісно перенести в мірну колбу об'ємом 1 дм³ додати в колбу невелику кількість дистильованої води для розчинення вмісту ампули, а далі вміст колби довести дистильованою водою до мітки.

Перед використанням стандарт-титру необхідно зняти етикетку з ампули і промити зовнішню частину дистильованою водою.

В мірну колбу ємністю _____ см³ вставляють звичайну лійку діаметром 9-10 см. Потім у лійку вставляють _____ з потовщенням .

При перенесенні вмісту титру в колбу ампула повертається _____ і злегка вдарається об гострі кінці бойка, потім, не перевертаючи ампули, іншим бойком пробивається верхнє (або боковє) заглиблення ампули і вміст ампули виливають (висипають) повністю в колбу. Не змінюючи положення ампули, останню ретельно промивають _____ дистильованою водою в кількості в шість разів більшій об'єму

ампули. Після розчинення вмісту ампули об'єм рідини доводять до мітки і ретельно перемішують розчин і переливають у склянку. Склянку з розчином підписують, вказавши розчинену речовину, її концентрацію, дату приготування, своє прізвище та номер групи.

Речовина:

Протокол до лабораторної роботи **ВІДБІР ТА ПРИГОТУВАННЯ ПРОБ СИПУЧИЙ МАТЕРІАЛІВ. СИТОВИЙ АНАЛІЗ**

Мета роботи: придбання навичок відбору первинних проб і приготування проб твердих матеріалів. Розділення твердофазної речовини за фракційним складом.

Теоретичні відомості

Відбір проби твердих матеріалів

Розрізняють первинну, лабораторну й аналітичну проби. Для первинної проби відбирають велику масу (до ____ кг) речовини за спеціальними схемами.

Відбір проб металів здійснюють висвердлюванням у різних місцях і на різній глибині монолітного куска.

Ситовий аналіз

У ситовому аналізі подрібнений матеріал в сухому вигляді або у вигляді суспензії у відповідній рідині завантажується на сито з отворами відомого розміру і шляхом струшування, постукування, вібрації або іншими способами розділяється на дві частини: залишок R і прохід D. Залишок R часто позначають знаком «+», а прохід D знаком «-».

Ситова тканина натягається на круглу або квадратну обичайку. При сухому розсіванні сито щільно насаджується на піддон, що уловлює матеріал проходу. Зверху сита щільно закриваються кришкою, за винятком тих випадків, коли просіювання проводиться за допомогою пензлика або мокрим способом. Сита, що входять в набір, щільно вставляються одне в інше, утворюючи набір сит з розмірами осередків, що зменшуються.

Просіваючи досліджуваний матеріал через набір нормованих сит, що розрізняються _____, можна розділити пробу на декілька фракцій, розміри частинок яких обмежені розмірами отворів сит. Число фракцій, що отримується при просіюванні через набір n послідовних сит, складає $n + 1$.

Механічне розсіювання здійснюють за допомогою приладів, що створюють обертальний і коливальний рух сит в горизонтальній площині, вібрацію і постукування сит.

Воно вимагає значно менше часу та матеріалу, ніж ручне, і виключає індивідуальні помилки.

Завдання

Відбір проби за допомогою квартування

Середню пробу від ____ до ____ кг вміщують на лоток для квартування у виді кільця діаметром 30÷50 см, совком збирають пробу в центрі лотка у вигляді конуса, дерев'яною або пластиковою дощечкою з загостреним краєм розвертають конус матеріалу в диск товщиною приблизно 2 см.

Взаємоперпендикулярно диск проби поділяють на ____ сектори і ____ протилежні сектори збирають у банку для проби. Сектори, що залишилися, збирають знову у вигляді конуса в центрі лотка, розвертають у диск і знову квартують. Квартування продовжують доти, поки вихідна проба не скоротиться до _____ г, цю пробу переносять у порцелянову ступку і ретельно розтирають у порошок.

Виконання ситового аналізу

Машинне просіювання дозволяє розділити пробу за розмірами частинок на фракції за одну робочу операцію. Наважка аналізованої проби поміщається на сито з найбільшими

отворами у використуваному наборі стандартних сит. Прохід з цього сита падає на наступне, з меншими розмірами осередків сито.

Аналізована проба подрібненого матеріалу при сухому розсіюванні повинна бути сухою. Попереднє висушування проби до _____ маси проводять при 105-110 °С.

Обробка результатів ситового аналізу

1. Приймаємо сумарні маси всіх фракцій за 100%. Враховуючи, що, можна при обробці отриманих результатів прийняти сумарні маси всіх фракцій за 100 %.
2. Обчислюємо вміст залишку W_i на кожному ситі за формулою:

$$W_i = \frac{m_i \cdot 100}{\sum m},$$

де m_i - маса залишку на даному ситі, г; $\sum m$ - сумарна маса залишків всіх фракцій після розсіювання.

Знаходимо сумарний залишок W_i для всіх сит з великими отворами.

3. Будуємо таблицю «Фракційний склад твердої речовини».

Таблиця 1. «Фракційний склад твердої речовини»

сито	піддон						
$d_{\text{сита}}$, мм							
фракція							
Середній діаметр фракції $\langle d_{\phi} \rangle$, мм							
Маса фракції m_{ϕ} , г							
Масова частка фракції W_{ϕ} , %							

4. За даними таблиці будуємо графік залежності затриманого на кожному ситі сумарного вмісту речовини від розміру осередку сита.
5. За побудованим графіком визначаємо отвір сит в мм, що затримують певний сумарний відсоток речовини. Відношення розміру осередку сита, що затримує менше % речовини, до ефективного розміру, називається коефіцієнтом однорідності:

$$K = \frac{d_{40}}{d_{90\text{ef}}}$$

Ефективний розмір зерна зазвичай визначають з похибкою не більше _____%, а коефіцієнт однорідності з похибкою не більше ____%.

6. Середній діаметр розраховується за формулою: $\langle d_{\phi} \rangle = \frac{d_- + d_+}{2}$.

7. Масова частка кожної фракції розраховується за формулою:

$$W_{ef} = \frac{m_i}{\sum_{i=1}^n m_i} \cdot 100\%$$

$$8. \text{ Похибка досліду розраховується за формулою: } \delta = \frac{m_{\text{вих}} - \sum_{i=1}^n m_i}{m_{\text{вих}}},$$

де $m_{\text{вих}}$ – маса вихідної речовини взятої для аналізу.

10. За результатами будемо графік залежності: $W_{\phi} = f(< d_{\phi} >)$.

* Втрати при виконанні аналізу не повинні перевищувати ____ % від загальної маси наважки проби!

Протокол до лабораторної роботи **ВИМІРЮВАННЯ ТЕМПЕРАТУРИ МЕХАНІЧНИХ СУМІШЕЙ. ФІЛЬТРУВАННЯ СУМІШЕЙ**

Вимірювання температури механічних сумішей та її регулювання

Мета роботи: засвоєння навичок вимірювання температури та створення сольових сумішей для отримання низьких температур.

Теоретичні відомості

Температурні шкали. Прилад, який вимірює температуру, — Найбільше поширення одержали дві температурні шкали: термодинамічна шкала і стоградусна шкала За абсолютний нуль термодинамічної температури прийнятий 273 К.

Методи вимірювання температури. Існує два принципових методи вимірювання температури: контактний, коли термочутливий елемент перебуває в безпосередньому контакті з середовищем або тілом, температуру яких треба виміряти, і безконтактний, при якому не потрібно безпосереднього контакту середовища з об'єктом вимірювання температури.

Правила роботи з термометрами. Термометр — достатньо чутливий інструмент для вимірювання температури. Не можна нагрівати термометри вище значення температури, зазначеної на шкалі. Це може призвести до руйнування капіляра або неточності показань термометра.

Хід виконання роботи

Вимірювання температури

Ємність термостата заповнюється дистильованою водою, у відповідні тримачі встановлюються лабораторний термометр, очікують досягнення необхідної температури. Вимірювання температур нижче 0 °С проводять у охолоджуючих банях.

Суміш одержують, подрібнюючи лід на шматки розміром не більше, вміщують його у чашу та додають необхідну кількість солі при ретельному перемішуванні. Після цього проводять вимірювання температури за допомогою обраного термометра.

Завдання

Використовуючи певну кількість льоду, приготувати охолоджуючу суміш із заданою температурою. Визначити температуру одержаної суміші.

Виконання отриманого завдання
Результати вимірювання температури

Об'єкт вимірювання температури	Тип використаного термометру	Очікувана температура, °C	Дійсне значення температури, °C		Тривалість, хв
			t ₀	t ₂	
KCl 30 г	Термометр трубчастий ТЛ-2, вик. 2, ГОСТ 19875-78	-10,9	-7	-5	15
Na ₂ CO ₃ 20 г	Термометр трубчастий ТЛ-2, вик. 2, ГОСТ 19875-78	-2	-0,5	-2	17

Висновки: при змішування 30 г солі KCl та 20 г Na₂CO₃ з льодом отримано дві сольові суміші. Проведено вимірювання діапазону зміни температури сольових сумішей на початку змішування та через 15хв після утворення суміші. Здійснено порівняння отриманих даних з довідниковими. При змішуванні солі KCl з льодом температура суміші в момент змішування становить -7 °C, а через 15 хв після утворення суміші – -5 °C (при очікуваній температурі -10,9 °C). Тобто процес зниження температури (ендотермічний ефект) є тривалим і відбувається внаслідок поглинання тепла при плавленні і розчиненні складових системи.

Визначення вологості та розділення механічних сумішей фільтруванням

Мета роботи: засвоїти основні навички визначення вологості речовини та її типу та підбору фільтруючого матеріалу в залежності від типу і дисперсності речовини.

Теоретичні відомості

Волога речовини складається з вологи зовнішньої і вологи аналітичної.

..... *волога* це тонка плівка води, що покриває частки речовини і видаляється підсушуванням до постійної маси.

..... *волога* складається в основному з адсорбційної вологи (гігроскопічної вологи).

Загальну вологу розраховують за зовнішньої і аналітичної вологи.

Хід виконання роботи

Визначення зовнішньої вологи

Зважену з точністю до 0,1 г наважку розміщують у нагріту сушильну шафу. Висушують протягом 2 год, доти, поки різниця двох послідовних зважувань буде не більш 1 г.

Результати експерименту:

Тиск Р, мм рт.ст.

Температура Т, °C

Вага бюкса m, г

Вага бюкса з речовиною m_1 , г

Маса речовини m_{p1} , г

Вага бюкса з речовиною m_2 , г

Маса речовини m_{p2} , г

Вага бюкса з речовиною m_3 , г

Маса речовини m_{p3} , г

$$W_{зовн} = \frac{m_{p3}}{m_{p1}} \cdot 100 =$$

m_{p3} – втрата маси при висушуванні, г;

m_{p1} – маса наважки, г.

Визначення аналітичної вологи

Склянку з точною наважкою (2 г) розміщують у попередньо нагріту до сушильну шафу і сушать при температурі 105 – 110 °С 60 хв. Потім пробу виймають із шафи, охолоджують в ексікаторі і зважують. Після зважування проводять контрольні висушування тривалістю 15 хв кожне, поки різниця в масі при двох послідовних зважуваннях буде менш 0,001 г.

При охолодженні в ексікаторі, бюкси в яких проводиться зважування, повинні бути закриті

$$W^a = \frac{m_{p3}}{m_{p1}} \cdot 100,$$

Визначення загального вмісту вологи

Загальну вологу розраховують як суму зовнішньої й аналітичної вологи.

Особливості фільтрування осадів

Найчастіше фільтрування проводять із використанням паперових фільтрів. Краї фільтра повинні бути на 5-10 мм нижче країв лійки, а осад не повинен заповнювати фільтр більш ніж на 1/3 його висоти.

Фільтрування при зниженому тиску здійснюють за допомогою різних пристроїв з порцеляни і скла. На лійки і Гірша укладають кружок фільтрувального паперу. Кружки змочують Потім лійки з колбою Бунзена приєднують до водострумного насоса за допомогою гумового шланга, трохи відкривають його і переконуються у відсутності під паперовим фільтром повітряних пухирців. Тільки після такої перевірки, не виключаючи водострумного насоса, у центральну частину фільтра наливають по скляній паличці суспензію. Фільтрування припиняють, коли в колбу Бунзена перестає надходити фільтрат. Спочатку від'єднують від водострумного насоса колбу Бунзена, знявши з її тубуса гумовий шланг або закривши кран, що розташований на шлангу, а потім виключають насос. Колбу Бунзена приєднують до водострумного насоса тільки через запобіжну склянку.

Скляні фільтри - це проточні посудини і трубки, які застосовують тільки для фільтрування під вакуумом.

При фільтруванні під вакуумом всі посудини для збору фільтрату треба обертати рушником, з метою захисту дослідника від уламків скла, які можуть з'явитися при розриві посудин атмосферним тиском.

Завдання

Провести фільтрування крупно- та дрібно- зернистих осадів на паперових фільтрах різного маркування та з використанням лійки Бюхнера під вакуумом. Замалювати конструкцію установки для фільтрування під вакуумом та пояснити особливості фільтрування у кожному випадку.

Протокол до лабораторної роботи **ОДЕРЖАННЯ МЕТАЛОВМІСНИХ СПОЛУК ТА ДОСЛІДЖЕННЯ ЇХ ВЛАСТИВОСТЕЙ**

Одержання комплексних сполук та дослідження їх властивостей

Мета роботи: отримати навички одержання комплексних сполук, практичне дослідження характеру взаємодії комплексних сполук з різними речовинами. Дослідження окисно-відновних процесів дії сильних окисників на забрудники у водному середовищі. Обґрунтування хімізму процесу окиснення і представлення його у вигляді реакцій.

Хід виконання

Одержання та дослідження комплексної сполуки сульфататетрааміну міді (II)

Помістити у дві пробірки по 2 см^3 1 моль-екв/дм³ розчину CuSO_4 і додати в одну $0,5\text{ см}^3$ BaCl_2 , в іншу - шматочок гранульованого олова. У першому випадку випадає осад, у другому - спостерігається утворення червоного нальоту міді на поверхні олова.

Пояснити обидва досліди.

Синтезувати комплексну сполуку міді, для чого помістити в пробірку 4 см^3 розчину CuSO_4 і по краплях додавати 25%-вий розчин аміаку до утворення комплексного сульфату тетрааміну міді (II). Отриманий розчин розділити на дві пробірки і провести ті ж самі два досліди, які були виконані з розчином CuSO_4 .

Пояснити результати, написати рівняння всіх проведених реакцій. Чи є відмінність в поведінці CuSO_4 і комплексної солі по відношенню до кожного доданого реактиву?

Окисно-відновні реакції з KMnO_4

Помістити в пробірку 5 см^3 0,1 моль-екв/дм³ розчину KMnO_4 і додати по краплях $0,5\text{ см}^3$ 1 моль-екв/дм³ розчину NaOH , спостерігаємо зміну забарвлення розчину від рожевого через синій до зеленого. Проведення досвіду дозволить відрізнити водопровідну воду від стічної.

Помістити у дві пробірки по 5 см^3 водопровідної та стічної води і в кожную додати 2 см^3 0,1 моль-екв/дм³ розчину KMnO_4 . У водопровідній воді розчин залишиться рожевим, а в стічній знебарвиться.

Пояснити результати, написати рівняння всіх проведених експериментів.

Окисно-відновні реакції з $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Помістити в пробірку 5 см^3 0,25 моль-екв/дм³ розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, додати $0,5\text{ см}^3$ концентрованого розчину сульфатної кислоти H_2SO_4 і у вже підкислений розчин кинути кілька шматочків цинку. При цьому дихромат відновлюється і змінює колір на темно-зелений. Одночасно виділяється газ - водень. Якщо продукти реакції не окиснюються киснем повітря, то реакція перебігає далі, причому з'явиться блакитне забарвлення

розчину CrSO_4 . Якщо цей розчин перелити в інший стакан, то відбудеться процес окиснення, і розчин знову стане зеленим.

Пояснити результати, написати рівняння всіх проведених дослідів.

Осадження з розчинів

Варіант 1

Помістити в пробірку 5 см^3 10%-вого розчину $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ додати 5 см^3 10 %-вого розчину KI , підігріти, довести до кипіння вміст пробірки разом з осадом, щоб він розчинився, а потім швидко охолодити під краном. У цьому випадку утворюються дрібні золоті кристалики, завислі у рідині.

Варіант 2

Змішати в пробірці 10 см^3 10%-вого розчину $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ і 10 см^3 10%-вого розчину KI , утворюється осад йодиду свинцю. Акуратно злити з нього рідину. Окремо в колбі необхідно закип'ятити воду, підкислити її оцтовою кислотою і, поки вона кипить, додати ще вологий осад йодиду свинцю, збовтавши його. При повільному охолодженні рідини в ній виростуть золотисті кристали.

Пояснити результати, написати рівняння всіх проведених реакцій.

Одержання сполук хрому та мангану з та дослідження їх властивостей

Мета роботи: практичне дослідження характеру взаємодії хрому та мангану з лугами та кислотами. Отримання гідроксидів металів та дослідження їх характеристик і деяких властивостей. Обґрунтування хімізму процесу і представлення його у вигляді реакцій.

Реактиви та обладнання: пробірки сухі – 12 шт, скляні палички, алюмінієва фольга, 0,1 н розчини H_2SO_4 , HNO_3 , HCl , NaOH , KMnO_4 , $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, K_2CrO_4 , MnCl_2 , 5% розчин KI , сірководнева вода, порошкоподібний Na_2SO_3 .

Хід виконання:

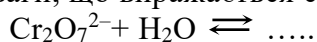
Отримання і властивості гідроксиду хрому (III)

В пробірку налити 3-5 см^3 розчину сульфату хрому (III) і додати розчину гідроксиду натрію. Отриманий осад розлити у дві пробірки. В одну влити надлишок гідроксиду натрію, а в іншу - надлишок хлорводневої кислоти. Що відбувається з осадами?

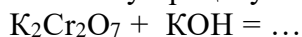
Хромати і дихромати

До розчину хромату калію K_2CrO_4 3-4 см^3 додати по краплях розчин сульфатної кислоти. Відмітити забарвлення вихідного та отриманого розчинів і вказати, які іони вносять зміну забарвлення.

До розчину дихромату калію $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 3-4 см^3 додати по краплях розчин лугу до зміни забарвлення. У водних розчинах хромати і дихромати знаходяться в стані рівноваги, що виражається схемою:



Напишіть схему процесу перетворення дихромату в хромат:



Гідроксид мангану (II) та його властивості

У дві пробірки внести по 3-4 см³ розчину солі мангану (II) і по 2-3 см³ розчину лугу. Який колір отриманого осаду гідроксиду мангану (II)? Розмішати осад і відзначити його побуріння внаслідок окиснення мангану (II) до Mn (IV). У другу пробірку з осадом гідроксиду мангану додати 2-3 см³ розчину сульфатної кислоти. Що спостерігається? Які властивості характерні для гідроксиду мангану (II)?

Написати рівняння реакцій:

- а) отримання гідроксиду мангану (II);
- б) його окиснення киснем повітря в присутності води в Mn(OH)₂;
- в) взаємодія гідроксиду мангану (II) з сульфатною кислотою. Написати рівняння реакцій в молекулярному вигляді.

Результати експериментальних даних та спостережень представити у вигляді таблиці 1.

Таблиця 1. Результати досліджень та спостережень

№ пробірки	Формула речовини	Взаємодія з лугом	Взаємодія з кислотою	Властивості сполуки, що утворюється
1	Cr ₂ (SO ₄) ₃	NaOH		
2	Cr(OH) ₃	NaOH		
3	Cr(OH) ₃		HCl	
4	K ₂ CrO ₄		H ₂ SO ₄	
5	K ₂ Cr ₂ O ₇	KOH		
6	K ₂ Cr ₂ O ₇		H ₂ S + H ₂ SO ₄	
7	K ₂ Cr ₂ O ₇		KI + H ₂ SO ₄	
8	MnCl ₂	NaOH		
9	Mn(OH) ₂		H ₂ SO ₄	
10	KMnO ₄	NaOH + Na ₂ SO ₃		
11	KMnO ₄		H ₂ SO ₄ + Na ₂ SO ₃	
12	KMnO ₄	Na ₂ SO ₃		

Окисні властивості сполук мангану

У три пробірки внести 3-4 см³ розчину перманганату калію. В одну пробірку додати 2 см³ розчину сульфатної кислоти, в іншу – стільки ж води, в третю – 3-4 см³ лугу. У всі три пробірки додати по 1 мікрошпателю кристалічного сульфіту натрію. Відзначити різну зміну початкового забарвлення перманганату в кожному випадку. Чим це викликано?